



TESIS - SF 092006

SINTESIS NANOPARTIKEL $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ DENGAN METODE KOPRESIPITASI DAN KARAKTERISASI SIFAT LISTRIK

Nurul Rosyidah
1114 201 018

DOSEN PEMBIMBING
Prof. Dr. Darminto, M.Sc

PROGRAM MAGISTER
BIDANG KEAHLIAN MATERIAL
JURUSAN FISIKA
FAKULTAS MATEMATIKA DAN ILMU PENGETAHUAN ALAM
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016



TESIS - SF 092006

**SYNTHESIS OF $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ USING
COPRECIPITATION METHOD AND
CHARACTERIZATION OF ELECTRICAL
PROPERTIES**

Nurul Rosyidah
1114 201 018

SUPERVISOR
Prof. Dr. Darminto, M.Sc

MAGISTER PROGRAM
STUDY ON MATERIAL SCIENCES
DEPARTMENT OF PHYSICS
FACULTY OF MATHEMATIC AND NATURAL SCIENCES
INSTITUT TEKNOLOGI SEPULUH NOPEMBER
SURABAYA
2016

LEMBAR PENGESAHAN TESIS

Tesis disusun untuk memenuhi salah satu syarat memperoleh gelar
Magister Sains (M.Si)

di
Institut Teknologi Sepuluh Nopember

oleh :
Nurul Rosyidah
NRP. 1114201018

Tanggal Ujian : 12 Januari 2016
Periode Wisuda : Maret 2016

Disetujui oleh :

1. Prof. Dr. Darminto, M.Sc.
NIP: 19620802 198701 1 001

(Pembimbing)



2. Dr. rer.nat. Triwikantoro, M.Sc.
NIP: 19660114 199002 1 001

(Penguji I)



3. Dr. Mochammad Zainuri, M.Si.
NIP: 19640130 199002 1 001

(Penguji II)



Direktur Program Pascasarjana




Prof. Ir. Djauhar Manfaat, M.Sc, Ph.D
NIP. 19601202 198701 1 001

SINTESIS NANOPARTIKEL $Zn_{1-x}Al_xO$ DENGAN METODE KOPRESIPITASI DAN KARAKTERISASI SIFAT LISTRIK

Nama : Nurul Rosyidah
NRP : 1114201018
Pembimbing : Prof. Dr. Darminto, M.Sc

ABSTRAK

Sintesis nanopartikel $Zn_{1-x}Al_xO$ dilakukan dengan metode kopresipitasi. Bahan dasar yang digunakan dalam sintesis yaitu serbuk Zinc Acetat Dyhidrate, serbuk aluminium, larutan HCl, dan larutan pengendap NH_4OH . Doping serbuk Aluminium yang digunakan dengan konsentrasi 0%, 1%, 2%, 3%, 4%, dan 5%. Penelitian dilakukan untuk mengetahui pengaruh dopan Aluminium terhadap sifat optik dan sifat elektrik nanopartikel ZnO. Karakterisasi dilakukan dengan pengujian difraksi sinar x untuk mengetahui struktur dan komposisi fasa, scanning electron microscopy (SEM) untuk mengetahui bentuk morfologi, UV-Vis untuk mengetahui panjang gelombang serta lebar celah pita energi dan LCR Meter untuk mengetahui nilai konduktivitas material. Hasil penelitian menunjukkan terjadi kenaikan nilai lebar celah pita energi pada sampel sebanding dengan kenaikan konsentrasi ion dopan Al^{3+} . Lebar celah pita energi naik dari 3.1 eV hingga 3.50 eV. Dan nilai konduktivitas listrik menurun dengan bertambahnya konsentrasi ion dopan Al^{3+} konduktivitas turun dari 10.50×10^3 S/m hingga 0.250×10^3 S/m. Hasil pengujian UV-vis sesuai dengan nilai konduktivitas sampel, di mana ketika nilai lebar celah pita energi semakin besar, maka material bersifat semakin isolator. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian yang menunjukkan penurunan nilai konduktivitas.

Kata kunci: aluminium, dopan, konduktivitas, kopresipitasi, ZnO

SYNTHESIS OF NANOPARTICLE $Zn_{1-x}Al_xO$ USING COPRECIPITATION METHOD AND CHARACTERIZATION OF ELECTRICAL PROPERTIES

Name : Nurul Rosyidah

NRP : 1114201018

Advisor : Prof. Dr. Darminto, M.Sc

ABSTRACT

Synthesis of Nanoparticle $Zn_{1-x}Al_xO$ had done by coprecipitation method. The raw material used in this experiments are the powder of Zinc Acetate Dyhydrate, Alumunium powder, HCl solution, and Ammonium Chloride solution. The dopping of Al powder used in concentration from 0%-5%. This research had done to know the effect of dopping Al toward optical and electrical properties of nanoparticle $ZnAlO$. And also to know the structure and phase composition usin. The characterization of sample will do by Xray diffarction to determine the phase formed. Then scanning electron microscope to know the morphology, UV-Vis to know the value of band gap, and LCR meter to know the conductivity of the sample. Based on the result of this research show that increasing of band gap value happen at the sample which have higher concentration of Al^{3+} dopant ion. The value of band gap energy level increase from 3.1 eV to 3.50 eV. And the value of conductivity decrease from 10.50×10^3 S/m to 0.250×10^3 S/. The result of Uv-Vis suitabe with the conductivity value of sample. Even when the value of band gap energy larger, so the material was isolator. This is agree with the result of LCR meter that show decreasing of conductivity value.

Key word : Aluminium, coprecipitation, dopping, synthesis, ZnO .

KATA PENGANTAR

Puji syukur Alhamdulillah penulis panjatkan kehadiran Allah (*subhanahu wa ta'ala*) atas limpahan rahmat dan hidayah-Nya yang tiada terbatas dari waktu ke waktu, sehingga tesis yang berjudul “*Sintesis Nanopartikel $Zn_{1-x}Al_xO$ dengan Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Listrik*” ini dapat diselesaikan dengan baik. Sholawat dan Salam semoga senantiasa tercurahkan kepada Rasulullah tercinta, Muhammad (*sallallahu 'alaihi wa sallam*).

Penulis ingin menyampaikan rasa terima kasih yang sedalam-dalamnya kepada banyak pihak yang telah membantu terselesaikannya proposal tesis ini. *Pertama*, orang tua penulis, Ayahanda Achmad Choirul Sholeh dan Ibunda Laily Fauziyah yang terus memberikan kasih sayang, pengorbanan, dan doa. *Kedua*, Bapak Prof. Dr. Darminto, M.Sc selaku pembimbing yang selalu memberi semangat, arahan, juga tantangan bagi penulis, serta teman-teman pascasarjana Fisika ITS angkatan 2014 yang telah banyak memberikan motivasi kepada penulis.

Akhirnya dengan penuh kesadaran penulis berharap semoga tesis ini dapat bermanfaat bagi semua pihak dalam menambah wawasan ilmiah dan mampu memberikan kontribusi bagi perkembangan ilmu pengetahuan serta memberi inspirasi bagi pembaca untuk pengembangan lebih lanjut.

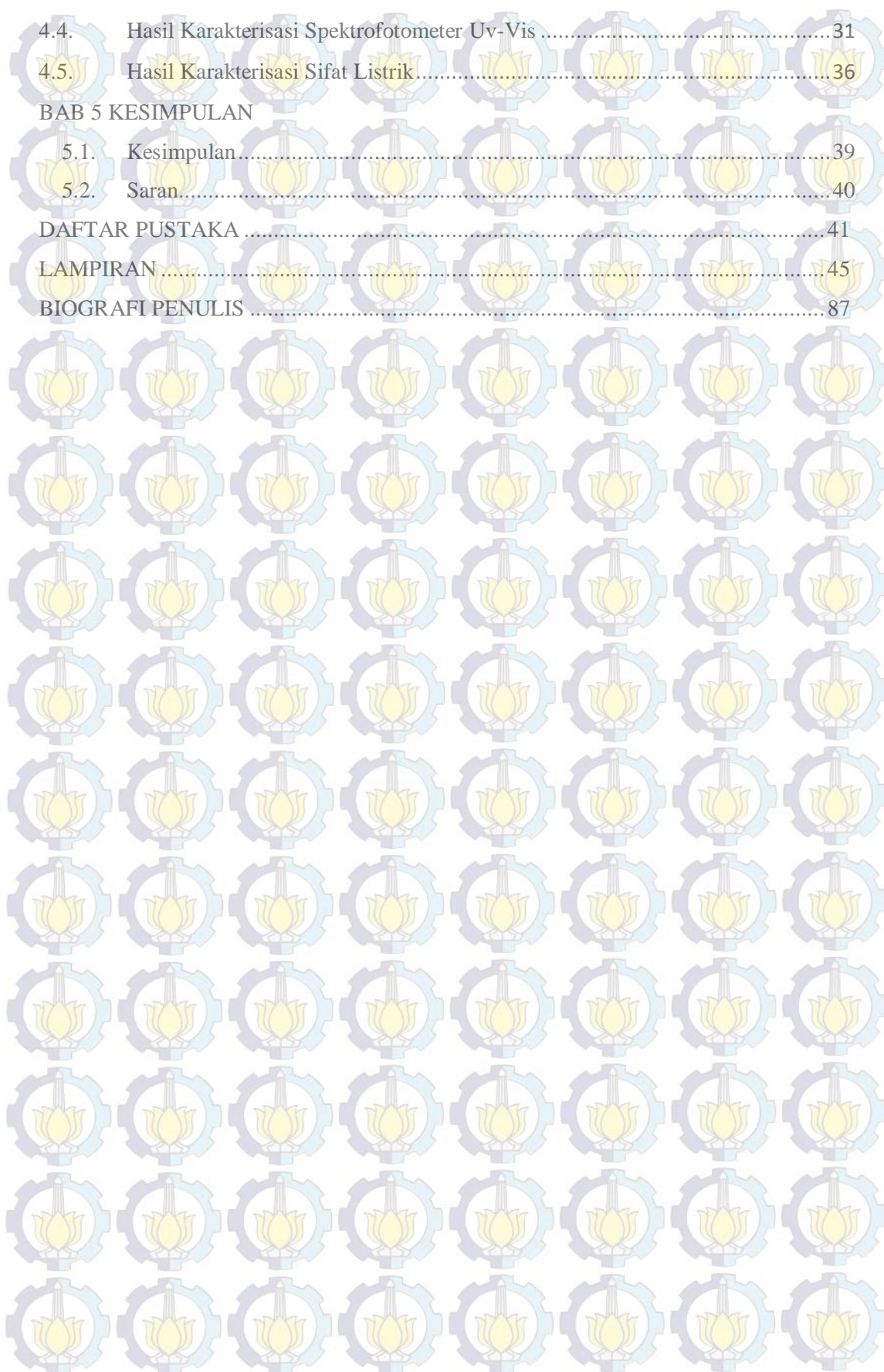
Surabaya, Januari 2015

Nurul Rosyidah

DAFTAR ISI

HALAMAN JUDUL	i
HALAMAN PENGESAHAN	iii
ABSTRAK	iv
KATA PENGANTAR	vi
DAFTAR ISI	viii
DAFTAR GAMBAR	x
DAFTAR TABEL	xiii
DAFTAR LAMPIRAN	xiv
BAB 1 PENDAHULUAN	
1.1. Latar Belakang	1
1.1. Perumusan Masalah	2
1.2. Tujuan Penelitian	3
1.3. Batasan Masalah	3
1.4. Manfaat Penelitian	3
BAB 2 TINJAUAN PUSTAKA	
2.1. Senyawa ZnO	5
2.2. Sifat ZnO	6
2.3. Nanopartikel ZnO	9
2.4. Sifat Optik ZnO	10
2.5. Sifat Listrik ZnO	11
2.6. Metode Kopresipitasi	13
BAB 3 METODE PENELITIAN	
3.1. Persiapan Alat dan Bahan	17
3.1.1. Peralatan	17
3.1.2. Bahan	17
3.2. Prosedur Sintesis	17
3.3. Karakterisasi Material	18
3.4. Metode Analisis Ukuran Partikel	19
3.5. Diagram Alir Penelitian	21
BAB 4 HASIL PENELITIAN DAN PEMBAHASAN	
4.1. Hasil Pola Difraksi $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$	23
4.2. Analisis Ukuran Partikel dengan Software MAUD	27
4.3. Hasil Uji Scanning Electron Microscopy (SEM)	29

4.4.	Hasil Karakterisasi Spektrofotometer Uv-Vis	31
4.5.	Hasil Karakterisasi Sifat Listrik	36
BAB 5 KESIMPULAN		
5.1.	Kesimpulan	39
5.2.	Saran	40
DAFTAR PUSTAKA		41
LAMPIRAN		45
BIOGRAFI PENULIS		87



DAFTAR GAMBAR

Gambar 2.1	Struktur kristal ZnO dalam berbagai bidang kristal.....	8
Gambar 2.2	Struktur Wurtzite ZnO.....	9
Gambar 2.3	Struktur Zincblende ZnO.....	9
Gambar 2.4	Energi celah pita langsung (direct band gap).....	12
Gambar 3.1	Peralatan Uji XRD.....	18
Gambar 3.2	Diagram Alir penelitian.....	21
Gambar 4.1	Grafik pola difraksi $Zn_{1-x}Al_xO$ sebelum kalsinasi.....	23
Gambar 4.2	Grafik pola difraksi $Zn_{1-x}Al_xO$ setelah kalsinasi.....	25
Gambar 4.3	Pola pencocokan grafik hasil XRD dengan software rietica... ..	27
Gambar 4.4	Pola pencocokan hasil XRD dengan software MAUD... ..	28
Gambar 4.5	Grafik hubungan antara variasi dopan dengan ukuran partikel....	29
Gambar 4.6	Hasil uji Scanning Electron Microscopy (SEM).....	30
Gambar 4.7	Grafik hubungan antara panjang gelombang dengan adsorpsi	31
Gambar 4.8	Grafik Hubungan antara panjang gelombang dengan transmitansi... ..	31
Gambar 4.9	Grafik Tauc Plot hasil karakterisasi spektrofotometer Uv-Vis.....	34
Gambar 4.10	Grafik hubungan antara variasi dopan Al dengan nilai lebar celah pita energi.....	36

DAFTAR TABEL

Tabel 2.1	Parameter fisis ZnO.....	11
Tabel 4.1	Posisi 2 theta dari puncak difraksi Zincite-ZnO.....	24
Tabel 4.2	Data hasil analisis parameter kisi dengan software Rietica	26
Tabel 4.3	Nilai ukuran kristal $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ untuk variasi komposisi dopan ion Al^{3+}	28
Tabel 4.4	Nilai lebar celah pita energi (band gap) nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ untuk variasi komposisi dopan ion Al^{3+}	35
Tabel 4.5	Nilai konduktifitas $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ sampel untuk variasi komposisi dopan ion Al^{3+}	37



DAFTAR LAMPIRAN

Lampiran A	Grafik hasil pengujian Difraksi Sinar-X.....	49
Lampiran B	Grafik hasil pengujian spektrofotometer Uv-Vis	53
Lampiran C	Grafik hasil analisis ukuran partikeln dengan software MAUD ..	59
Lampiran D	Data ICSD sampel ZnO	63

BAB 1 PENDAHULUAN

1.1 Latar Belakang

Material berukuran nano banyak dikembangkan dalam banyak aplikasi pada era modern seperti sekarang. Material nano memiliki banyak keunggulan dari berbagai aspek oleh karena memiliki luas permukaan yang lebih besar dibandingkan dengan material berukuran mikro. Luas permukaan material berukuran nano yang besar menyebabkan gaya antar permukaan yang terjadi juga semakin besar. Hal ini yang menjadi salah satu keunggulan material nano dalam berbagai macam aplikasinya. Banyak sekali material nano yang bisa dijumpai, salah satunya yaitu nanopartikel seng oksida atau ZnO

Nanopartikel Seng Oksida merupakan salah satu dari material nanopartikel semikonduktor yang banyak dikembangkan baru-baru ini. Nanopartikel Seng Oksida banyak dikembangkan dalam bidang teknologi nano karena memiliki sifat mekanik, elektrik, dan optik yang dapat diaplikasikan diantaranya untuk sel surya, katalis, film tipis (thin film), pelindung UV, sensor gas, dan lainnya.

Nanopartikel Seng oksida memiliki banyak cara untuk mensintesisnya diantaranya dengan metode kimiawi basah, *sol gel*, *spray pyrolysis*, *physical vapor deposition*, *solvothermal*, dan *hydrothermal* (Sul Lee *et al.*, 2008). Seng oksida (ZnO) kristal wurtzite heksagonal merupakan bahan yang menjanjikan untuk photodetektor, dioda laser biru dan ultraviolet.

Rekayasa material berukuran nano dilakukan untuk mencapai suatu sifat dan karakteristik tertentu yang sesuai dengan kita inginkan. Rekayasa material nano ZnO dilakukan dengan mengganti Zn dengan material lain yang memiliki sifat lebih menarik sesuai yang diinginkan. Misalnya untuk merekayasa sifat optik dan elektrik, maka diberikan dopan Aluminium yang memiliki jari-jari atom tidak jauh berbeda dengan jari-jari atom Zn, sehingga diharapkan dapat menggantikan Zn.

Penambahan dopan Al ini diharapkan dapat mempengaruhi sifat listrik pada material nano ZnO, sehingga pada aplikasi material sensor akan memiliki sensitifitas yang lebih tinggi.

Banyak dilakukan penelitian untuk menghasilkan sifat piezoelektrik dari seng oksida diantaranya dalam bentuk bubuk dan film tipis. Beberapa penelitian tentang Al yang didopingkan pada ZnO dalam bentuk film tipis dengan metode yang berbeda-beda diantaranya dengan proses sol gel, vapor deposition, sintesis hidrotermal, dekomposisi termal, atau sintesis dengan gelombang mikro (microwave) (F. Giovanelli 2014).

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh. Kopresipitasi merupakan metode yang menggunakan suhu rendah dalam prosesnya serta dapat menghasilkan ukuran partikel yang kecil. Sehingga diharapkan dari metode kopresipitasi ini dihasilkan ukuran partikel yang lebih kecil dan lebih homogen dibandingkan dengan metode *solid state*.

Dalam penelitian kali ini akan dilakukan sintesis $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ melalui metode kopresipitasi. Doping Al diberikan pada ZnO dengan tujuan untuk melihat pengaruh sifat kelistrikannya. Diharapkan dengan bertambahnya doping Al yang diberikan akan menghasilkan sifat kelistrikan yang meningkat. Diberikan doping Al dengan variasi ($x=0,00, 0,01, 0,02, 0,03$) pada prekursor ZnO. Bahan yang digunakan serbuk Zinc Acetat Dihidrat, serbuk AlCl_3 , pelarut HCl, dan agen pengendap NH_4OH . Karakterisasi dilakukan dengan beberapa pengujian yaitu uji difraksi sinar-X (XRD), UV Vis, LCR Meter dan *Scanning Electron Microscope* (SEM). Hasil keluaran *X-Ray Diffractometry* dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak *Match!* untuk identifikasi fasa, *MAUD (Material Analyzing Using Diffraction)* untuk identifikasi ukuran kristal dari fasa di dalam sampel.

1.2 Perumusan Masalah

Berdasarkan latar belakang diatas, maka dapat dirumuskan masalah sebagai berikut:

1. Bagaimana cara mensintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ melalui metode kopresipitasi ?
2. Bagaimana pengaruh variasi dopan Al terhadap struktur kristal nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03, 0,04$, dan $0,05$) ?
3. Bagaimana pengaruh variasi dopan Al terhadap sifat optik nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03, 0,04$, dan $0,05$) ?
4. Bagaimana pengaruh variasi dopan Al terhadap sifat listrik nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03, 0,04$, dan $0,05$) ?

1.3 Tujuan Penelitian

Berdasarkan pada perumusan masalah di atas, maka tujuan dari penelitian ini adalah mensintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ menggunakan metode kopresipitasi dan mengkarakterisasi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ terhadap pengaruh doping Al yang diberikan pada struktur serta sifat optik dan listriknya.

1.4 Batasan Masalah

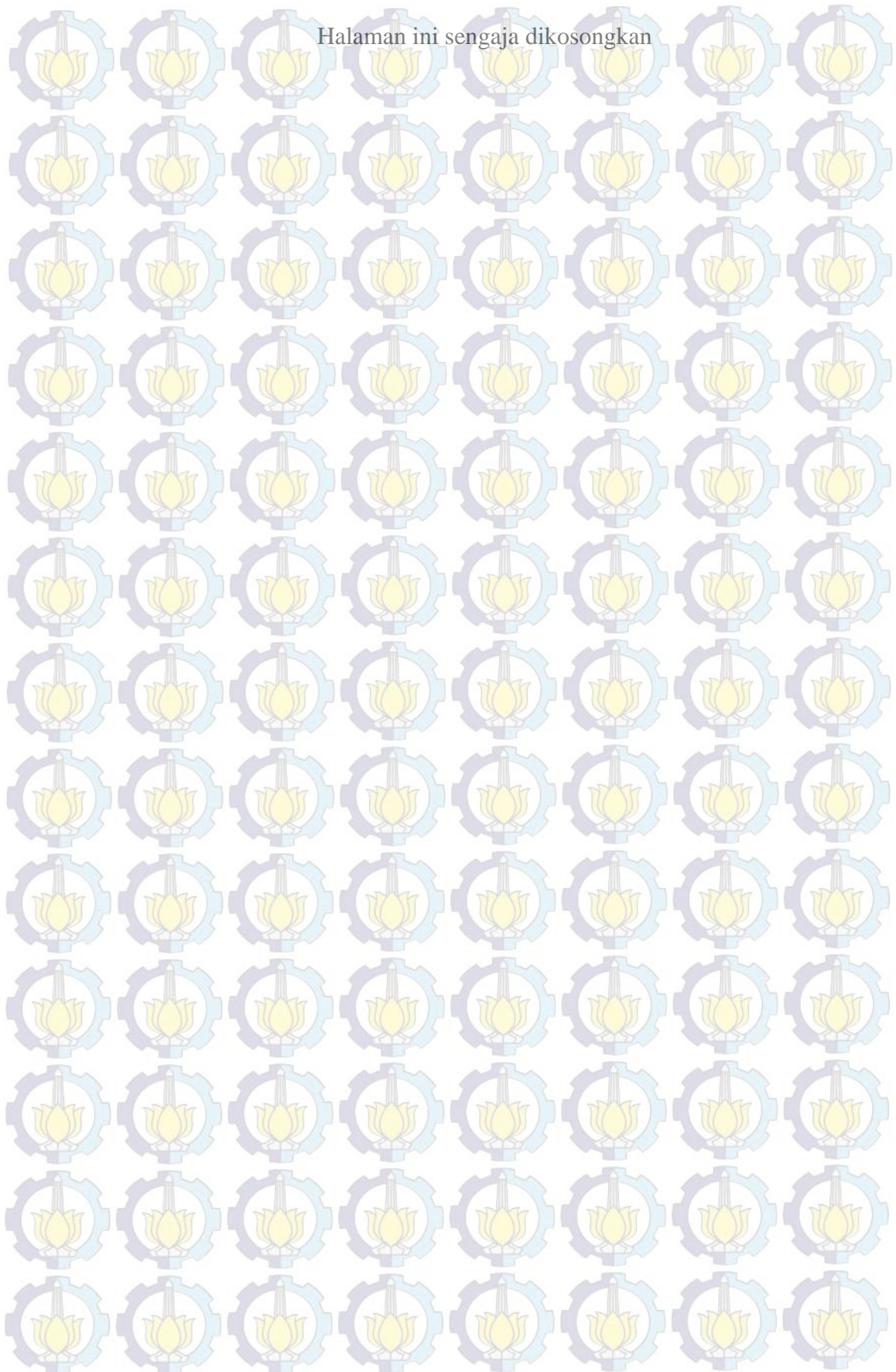
Pada penelitian ini, permasalahan dibatasi pada pembentukan material nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ melalui metode kopresipitasi serta karakterisasi struktur, sifat optik dan kelistrikannya terhadap pengaruh variasi komposisi doping Al pada nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$.

1.5 Manfaat Penelitian

Manfaat dari penelitian ini adalah:

1. Memberikan informasi tentang bagaimana pengaruh doping Al terhadap pembentukan fasa $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ berukuran nanopartikel dengan menggunakan metode kopresipitasi.
2. Memberikan informasi tentang bagaimana pengaruh doping Al terhadap sifat kelistrikan $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ berukuran nanopartikel dengan menggunakan metode kopresipitasi.
3. Menghasilkan paper ilmiah yang memberikan informasi tentang cara mensintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ serta karakterisasinya terhadap variasi komposisi doping Al melalui metode kopresipitasi.

Halaman ini sengaja dikosongkan



BAB 2

TINJAUAN PUSTAKA

2.1 Senyawa ZnO

Seng oksida adalah senyawa anorganik dengan rumus kimia ZnO. ZnO terdapat dalam kerak bumi sebagai mineral *zincite*. Namun, ZnO yang digunakan secara komersial diproduksi secara sintetis. Dalam ilmu material, ZnO adalah semikonduktor dengan besar energi gap 3,3 eV dari golongan unsur pada tabel periodik II-VI kelompok semikonduktor. ZnO sudah digunakan dalam berbagai aplikasi yaitu untuk menyimpan energi atau melindungi jendela dari panas, dan aplikasi elektronik ZnO sebagai *thin-film* transistor dan dioda pemancar cahaya.

Oksida ZnO merupakan bubuk berwarna putih yang hampir tidak larut dalam larutan netral. Ia bersifat amfoter dan dapat larut dalam larutan asam dan basa kuat. Dalam larutan basa lemah yang mengandung ion Zn^{2+} , hidroksida dari seng $\text{Zn}(\text{OH})_2$ terbentuk sebagai endapan putih. Dalam larutan yang lebih alkalin, hidroksida ini akan terlarut dalam bentuk $[\text{Zn}(\text{OH})_4]_2$. Senyawa nitrat $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2$, klorat $\text{Zn}(\text{ClO}_3)_2$, sulfat ZnSO_4 , fosfat $\text{Zn}_3(\text{PO}_4)_2$, molibdat ZnMoO_4 , sianida $\text{Zn}(\text{CN})_2$, arsenit $\text{Zn}(\text{AsO}_2)_2$, arsenat $\text{Zn}(\text{AsO}_4)_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$ dan kromat ZnCrO_4 merupakan beberapa contoh senyawa anorganik *zinc*. Salah satu contoh senyawa organik yang paling sederhana dari *zinc* adalah senyawa asetat $\text{Zn}(\text{COOCH}_3)_2$.

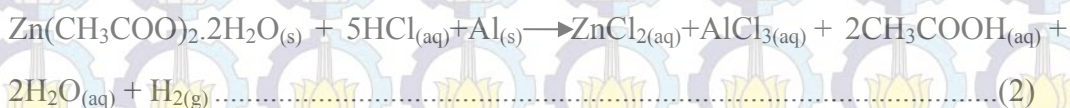
Suatu ion (molekul) kompleks terdiri dari suatu atom pusat dengan sejumlah ligan yang terikat pada atom pusat tersebut. Banyaknya ligan yang terikat dengan atom pusat dinyatakan dengan bilangan koordinasi. Dengan memberlakukan hukum aksi massa maka dapat dinyatakan tetapan disosiasi atau tetapan ketidakstabilan kompleks (instabilitas). Semakin tinggi nilai tetapan ketidakstabilan larutan, K_{inst} semakin besar kemungkinan hasil kali kelarutan endapan, maka endapan akan mulai terbentuk.

Pembentukan ZnO melibatkan beberapa tahap yaitu *zinc* asetat dipisahkan

dengan cara dilarutkan ke dalam larutan encer HCl 0.5 M seperti pada reaksi :



Kemudian untuk ZnO dengan didoping Al, yaitu sesuai persamaan reaksi berikut :



Salah satu faktor yang berpengaruh dalam proses pengendapan ZnO adalah keasaman medium elektrolit. Pengaturan pH larutan elektrolit dilakukan dengan penambahan amonium hidroksida. Pada proses ini, persamaan reaksi yaitu sebagai berikut :



Dengan pencampuran dari kedua bahan di atas, maka dapat terbentuk endapan $\text{Zn}(\text{OH})_2$, kemudian $\text{Zn}(\text{OH})_2$ bereaksi dengan molekul air untuk membentuk pertumbuhan unit $\text{Zn}(\text{OH})_4^{2-}$ dan ion hidrogen (2H^+) sebagai berikut :



2.2 Sifat ZnO

2.2.1 Sifat mekanik

ZnO adalah material yang relatif lunak dengan kekerasan sekitar 4,5 pada skala Mohs. Konstanta elastisnya lebih kecil dari semikonduktor III-V, seperti GaN. Kapasitas panas dan konduktivitas panasnya tinggi, ekspansi termal rendah

dan suhu lebur ZnO cukup tinggi yang bermanfaat untuk keramik. Diantara semikonduktor tetrahedral, ZnO memiliki tensor piezoelektrik tertinggi atau setidaknya sebanding dengan GaN dan AlN. Sifat ini membuat bahan ini merupakan teknologi penting bagi banyak aplikasi piezoelektrik, yang membutuhkan elektromekanis dengan kopling yang besar.

2.2.2 Sifat Fisik

Seng Oksida mengkristal dalam tiga bentuk yaitu wurtzite berkoordinasi 6 (hexagonal wurtzite), zincblende berbentuk kubus (cubic zincblende) dan jarang diamati dalam bentuk garam batu kubus (cubic rocksalt)

Struktur wurtzite adalah yang paling stabil pada kondisi lingkungan sehingga menjadi paling umum. Bentuk zincblende dapat distabilkan dengan pertumbuhan ZnO pada substrat dengan struktur kisi kubik. Dalam kedua kasus tersebut, Zn dan oksida berada pada pusat tetrahedral. Struktur garam batu hanya dapat diamati pada tekanan tinggi secara relatif sekitar 10 Gpa.

Polimorfi heksagonal dan zincblende tidak mempunyai kesetangupan pembalikan (inversion symmetry). Sifat ini mengakibatkan piezoelektrisitas dari heksagonal ZnO dan zincblende. Struktur heksagonal mempunyai 6 grup titik (Hermann Mauguin notasi) atau C6V (Schoenflies notasi), dan dalam ruang grup (space grup) P6₃mc.

Ikatan ZnO terbesar bersifat ionik, yang menjelaskan piezoelektrisitasnya yang kuat. Disebabkan oleh ikatan-ikatan kutub Zn-O, Zn, dan bidang datar O₂ mengganggu muatan listrik (positif dan negatif). Oleh karena itu untuk memelihara kenetralan elektrik, semua bidang datar tersebut merekonstruksi pada tingkatan atomis di dalam bahan-bahan lebih relatif, tetapi bukan pada ZnO. Permukaan-permukaannya secara otomatis datar, stabil, dan tidak memperlihatkan rekonstruksi.

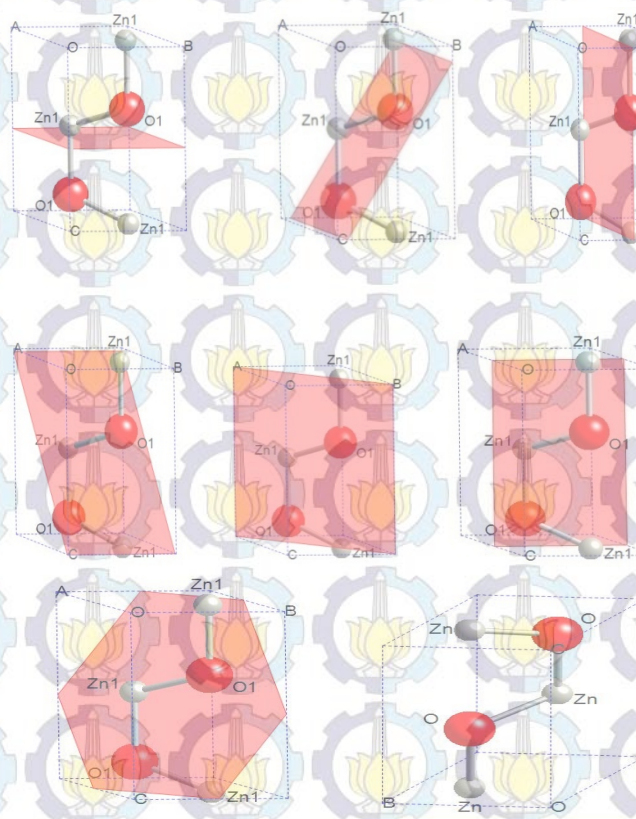
Sifat-sifat fisik dari nanosruktur ZnO adalah sifat dasar bulk ZnO. Merupakan catatan penting bahwa ukuran dari material-material semikonduktor menyusut

secara kontinyu menuju ke skala nanometer atau bahkan lebih kecil dan beberapa dari sifat-sifat fisik mereka mengalami perubahan-perubahan dikenal dengan efek ukuran kuantum.

2.2.2 Struktur kristal

Semua logam, sebagian keramik, dan beberapa material komponen merupakan bentukan dari susunan atom yang mengatur diri secara teratur dan berulang dalam bentuk tiga dimensi. Kondisi tersebut merupakan ciri dari struktur material padat dalam bentuk kristal. Untuk memudahkan mengetahui pola atom yang senantiasa berulang hingga tak terhingga, maka kristal memiliki sel satuan yang merupakan volum kecil yang berulang dalam kristal.

Pola susunan atom yang terdapat dalam material padat akan membentuk suatu sistem tersendiri. Untuk mengetahui hal tersebut maka bentuk yang muncul akibat susunan atom tersebut dikelompokkan dalam tujuh sistem kristal yaitu kubik, tetragonal, ortorombik, monoklinik, triklinik, heksagonal, dan rombohedral

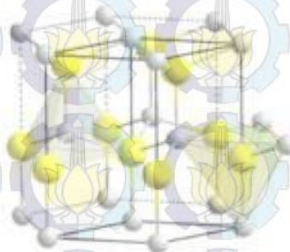


Gambar 2.1 Struktur kristal ZnO dengan berbagai bidang kristal

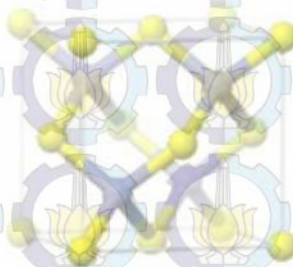
(www.crystallmaker.com)

Seng oksida mengkristal dalam tiga bentuk : *wurtzite* heksagonal, *zincblende* kubik, dan jarang diamati kubik *rocksalt*. Struktur *wurtzite* paling stabil dan dengan demikian yang paling umum pada kondisi stabil. Bentuk *zincblende* dapat distabilkan dengan ZnO yang tumbuh pada substrat dengan struktur kisi kubik.

Kisi ZnO heksagonal dan *zincblende* tidak memiliki simetri inversi (refleksi dari kristal relatif pada suatu titik tertentu tidak mengubahnya menjadi dirinya sendiri). Kisi simetri lainnya mempunyai sifat piezoelektrik menghasilkan *blende* yang heksagonal. Struktur heksagonal memiliki grup jalur 6 mm (Hermann-Mauguin notasi) atau C_{6v} (Schoenflies notasi), dan kelompok ruang $P6_3mc$ atau C_{6v} . Konstanta kisi $a = 3,25 \text{ \AA}$ dan $c = 5,2 \text{ \AA}$; rasio $c / a \sim 1,60$ dekat dengan nilai yang ideal untuk sel heksagonal $c / a = 1,633$.



Gambar 2.2 Struktur *wurtzite* (www.crystallmaker.com)



Gambar 2.3 Struktur *zincblende* (www.crystallmaker.com)

2.3 Nanopartikel ZnO

Nanopartikel Seng Oksida merupakan salah satu dari material nanopartikel semikonduktor yang banyak dikembangkan baru-baru ini. Nanopartikel Seng Oksida banyak dikembangkan dalam bidang teknologi nano karena memiliki sifat mekanik, elektrik, dan optik yang dapat diaplikasikan diantaranya untuk sel surya, katalis, film tipis pelindung UV, sensor gas, dll. Nanopartikel Seng oksida memiliki banyak cara untuk mensintesisnya diantaranya dengan metode kimiawi basah, *sol gel*, *spray pyrolysis*, *physical vapor deposition*, *solvothermal*, dan *hydrothermal* (Sul Lee *et al.*, 2008). Pencarian metode baru dalam menghasilkan partikel ZnO berukuran nano sangat penting untuk diteliti dan dipelajari sebagai bahan dasar dalam pembuatan aplikasi-aplikasi tersebut. Beberapa metode yang dilakukan untuk mendapatkan nanopartikel ZnO yaitu dekomposisi termal, *chemical vapor deposition*, *sol gel*, *spray pyrolysis*, dan presipitasi masih dikembangkan untuk fabrikasi ZnO nanopartikel dengan morfologi dan ukuran yang seragam (Chang Chun Chen, 2008).

ZnO adalah material penting untuk komponen optoelektronik dan laser UV pada temperatur ruangan. ZnO menarik dikembangkan karena memiliki efisiensi yang tinggi sebagai *low-voltage phosphor*. ZnO adalah material yang sukar larut dalam air dan alkohol namun larut dalam asam. Material optoelektronik ini peka terhadap susunan kesempurnaan kristal dan morfologi permukaannya. Efisiensi emisi foton menurun secara cepat dengan naiknya rekombinasi nonradiatif. Kristalinitas film ZnO ditentukan tidak hanya oleh proses pertumbuhan partikel ZnO, tapi juga dipengaruhi oleh dopan, impuritas, surfaktan, dan *surface modifier*. Beberapa metode seperti *hydrothermal* dan *solvothermal* telah digunakan untuk membentuk nanopartikel ZnO. Secara umum spektrum ZnO terdiri dari dua pita, yaitu *Near Band Edge (NBE) excitonic UV emission* dan *defect related deep level emission (DLE)* pada sekitar warna pita hijau-kuning dari 2,9 eV sampai 1,65 eV dan pita ini hampir mengkover keseluruhan jangkauan *visible light* dari spektrum

gelombang elektromagnetik (M. A. Tshabalala, 2012).

2.4 Sifat Optik ZnO

ZnO adalah semikonduktor dengan celah pita energi langsung (direct band gap). Nilai celah pita energi untuk ZnO adalah antara 3,1-3,3 eV pada temperatur ruangan. Absorpsi fundamental yang bersesuaian dengan eksitasi elektron dari pita valensi ke pita konduksi semikonduktor dapat digunakan untuk menentukan sifat dan celah pita optik bahan semikonduktor

Tabel 1. Parameter Fisis ZnO

Parameter Fisis Dasar ZnO	
Fase stabil	Wurtzite
Space group	C _{6v} mc
Parameter kisi	a_0 : 0,3249 (nm) c_0 : 0,52069 (nm) a_0/c_0 : 1,602 (nm)
Massa jenis (g cm ⁻³)	5,606
Konduktivitas termal (W/cm °K)	0,6 , 1-1,2
Ekspansi termal linear	α_0 : $6,5 \times 10^{-6}$ c_0 : $3,0 \times 10^{-6}$
Titik leleh (°C)	1975
Indeks bias	2,008 2,029

2.5 Sifat Listrik ZnO

ZnO memiliki energi celah pita langsung (direct band gap) yang lebar sebesar 3.37 eV. Emisi ultraviolet (UV) yang kuat disebabkan tingginya energi ikatan. Emisi sinar ultraviolet (UV) yang kuat disebabkan tingginya energi ikatan eksiton sebesar 60 meV pada temperatur ruang, yang jauh lebih tinggi dibandingkan

galium nitrida, GaN (25 meV) dengan bandgap serupa (~ 3.4 eV pada suhu kamar), yang membawa potensi yang sangat besar untuk aplikasi laser semikonduktor UV-biru diode pemancar cahaya dan peralatan-peralatan elektronik lainnya. ZnO juga telah banyak digunakan sebagai material pigmen, aditif pada karet, sensor gas dan varistor. Pada suhu kamar ZnO menghasilkan emisi atau pancaran yang terang.

Bandgap ZnO dapat ditingkatkan sampai 4 eV dengan tambahan magnesium oksida atau cadmium oksida sebagai paduan. Keuntungan-keuntungan yang berhubungan dengan celah pita energi yang besar adalah tegangan breakdown lebih tinggi. Kemampuan untuk mendukung medan listrik besar, elektronik noise yang rendah, dan ketahanan pada suhu tinggi dan daya operasi yang tinggi.

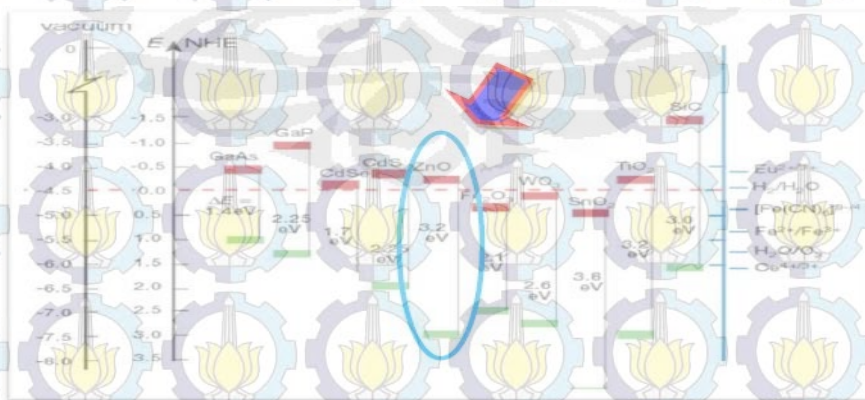
Aplikasi optoelektronik paling potensial diantaranya diode laser dan diode pancar cahaya (LED). Properti dari ZnO yang lain berkenaan dengan aplikasi elektronik meliputi kestabilannya pada radiasi energi tinggi (high energy radiation) dan untuk pengetsaan kimia basah (wet chemical etching). Sifat resistan terhadap radiasi membuat ZnO sesuai untuk aplikasi-aplikasi ruang angkasa. ZnO juga menjadi kandidat paling menjanjikan dalam bidang random laser untuk memproduksi suatu pompa elektronis sumber laser UV. Nanorod ZnO menunjukkan adanya peningkatan yang kuat dari suatu medan listrik, sehingga dapat digunakan sebagai medan emiter (field emitters),

Lapisan-lapisan ZnO yang didoping dengan aluminium dapat dipakai sebagai elektroda transparan. Konstituen Zn dan Al lebih aman dibandingkan dengan oksida Sn indium yang umum digunakan. Aplikasi yang telah banyak digunakan adalah secara komersial adalah pemakaian ZnO sebagai permukaan kontak pada sel surya atau pada liquid crystal display (LCD).

Kebanyakan ZnO mempunyai karakter tipe n. Nonstoikiometri adalah salah satu karakter tipe n. Alternatif penjelasan diusulkan berdasarkan pada perhitungan-perhitungan teoritis. Pengontrolan dopan tipe n dapat dengan mudah

dicapai dengan menggantikan Zn dengan unsur-unsur golongan 3 seperti Al, Ga atau mengganti O dengan unsur-unsur golongan 7 seperti kor atau yodium.

Kenyataannya doping type p cukup sulit. Hal ini dikarenakan dopan type p mempunyai kelarutan yang rendah



Gambar 2.4 Energi celah pita langsung (direct band gap) ZnO sebesar 3.37 eV

2.6 Metode kopresipitasi

Metode kopresipitasi merupakan salah satu metode sintesis senyawa anorganik yang didasarkan pada pengendapan lebih dari satu substansi secara bersama-sama ketika melewati titik jenuh.

Kopresipitasi merupakan metode yang menjanjikan karena prosesnya menggunakan suhu rendah dan mudah untuk mengontrol ukuran partikel sehingga waktu yang dibutuhkan relatif lebih singkat. Beberapa zat yang paling umum digunakan sebagai zat pengendap dalam kopresipitasi adalah hidroksida, karbonat, sulfat dan oksalat.

Pada kopresipitasi, material-material dasar diendapkan bersama secara stoikiometri dengan reaktan tertentu. Suatu partikel bulat haruslah berdiameter lebih besar 10^{-6} m agar mengendap dalam larutan sebagai endapan. Metode yang dilakukan adalah dengan tahap pelarutan dengan aquades, pengeringan dan pencucian. Kopresipitasi termasuk rekristalisasi dimana ada tujuh metode dalam rekristalisasi yaitu:

- memilih pelarut,
- melarutkan zat terlarut,
- menghilangkan warna larutan,
- memindahkan zat padat,
- mengkristalkan larutan,
- mengumpul dan mencuci kristal,
- mengeringkan produknya (hasil).

Ada beberapa hal yang dapat dilakukan analisis untuk meminimalkan kopresipitasi bersama endapan kristal. Ion pengotor akan hadir dalam konsentrasi yang lebih rendah selama pengendapan. Bila zat cair didinginkan, gerakan translasi molekul-molekul menjadi lebih kecil dan gaya molekul lebih besar.

Hingga setelah pengkristalan molekul mempunyai kedudukan tertentu dalam kristal. Panas yang terbentuk pada pengkristalan disebut panas pengkristalan.

Selama pengkristalan temperatur tetap, disini terjadi kesetimbangan temperatur akan turun lagi pengkristalan selesai. Peristiwa kebalikan dari pengkristalan disebut peleburan (Khairiah, 2011).

2.7 Pengaruh Doping Al^{3+} pada Struktur dan Sifat Listrik Nanopartikel $\text{Zn}_x\text{Al}_{1-x}\text{O}$

Aluminium merupakan unsur kimia dengan lambang Al. Aluminium berstruktur kristal kubus pemusatan sisi (FCC) dengan jari-jari atom sebesar 0,1431 nm. Aluminium memiliki warna perak mengkilap, warnanya berubah menjadi kelabu muda akibat pembentukan oksida apabila diletakkan diudara. Oksida ini sangat ulet dan tahan api. Dalam keadaan murni, temperatur leleh aluminium 660°C , untuk temperatur lebur paduannya antara 520°C sampai 660°C (ASM Hand Book, 1985).

Aluminium merupakan logam ringan, namun keuletannya lebih besar

daripada struktur baja. Konduktivitas listrik dan panas yang sangat baik. Ketahanan terhadap korosi yang baik dan massa jenisnya rendah.

Ion Al^{3+} didopingkan pada $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dan menggantikan sebagian posisi dari ion Zn^{2+} . Ion Al dengan valensi 3+, bilangan koordinasi 6 memiliki jari-jari ion sebesar 0,68 Å sedangkan Zn dengan valensi 2+, bilangan koordinasi 6 memiliki jari-jari ion sebesar 0,74Å. Jari-jari ion Al^{3+} lebih kecil daripada jari-jari ion Zn^{2+} , jika ion Al^{3+} menggantikan sebagian ion Zn^{2+} pada senyawa induk $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$, ion Al^{3+} akan mendesak ion lain yang berikatan langsung dengan ion Zn^{2+} . Karena jari-jari ion pendoping lebih kecil, akibatnya parameter kisi kristal akan berubah. Karena terjadi perubahan parameter kisi mengakibatkan volume sel kristal juga berubah. Karena jari-jari ion pendoping lebih kecil maka akan menyebabkan jarak antar kisi semakin kecil dan menyebabkan 2θ semakin besar. Sehingga dengan bertambahnya doping akan menyebabkan grafik akan bergeser ke arah kanan.

Jari-jari doping ion Al^{3+} lebih kecil daripada jari-jari ion Zn^{2+} . Dengan bertambahnya doping membuat ukuran kristal akan semakin kecil. Ukuran kristal yang besar mengindikasikan bahwa kristal tersebut sempurna dan memiliki puncak difraksi yang tinggi. Jika dopan Al^{3+} yang diberikan semakin besar dalam senyawa induk ZnO ini dapat membuat kristal pecah dan ukuran kristalnya menjadi kecil-kecil karena adanya penambahan doping yang lebih banyak dan ukuran jari-jari ion pendoping juga lebih besar. Sehingga menyebabkan puncak difraksinya semakin melebar dan menurun.

Penambahan doping ion Al^{3+} dapat mempengaruhi struktur dan sifat listrik dari ZnO. Doping Al digunakan secara efektif untuk meningkatkan konduktivitas film ZnO hingga mencapai 500 siemens/cm (F.A. Garcés 2015).

Aluminium pertama kali ditemukan oleh Sir Humphrey Davy pada tahun 1809 sebagai suatu unsur dan pertama kali direduksi sebagai logam oleh H. C. Oersted pada tahun 1825. Secara Industri tahun 1886, Paul Heroult di Prancis dan

C. M. Hall di Amerika Serikat secara terpisah telah memperoleh logam aluminium dari alumina dengan cara elektrolisa dari garam yang terfusi.

Aluminium merupakan konduktor panas dan elektrik yang baik. Jika dibandingkan dengan massanya, Aluminium memiliki keunggulan dibandingkan dengan Tembaga, yang saat ini merupakan logam konduktor panas dan listrik yang cukup baik, namun cukup berat. Aluminium murni 100% tidak memiliki kandungan unsur apapun selain Aluminium itu sendiri, namun Aluminium murni yang dijual di pasaran tidak pernah mengandung 100% Aluminium, melainkan selalu ada pengotor yang terkandung di dalamnya.

2.8 Doping

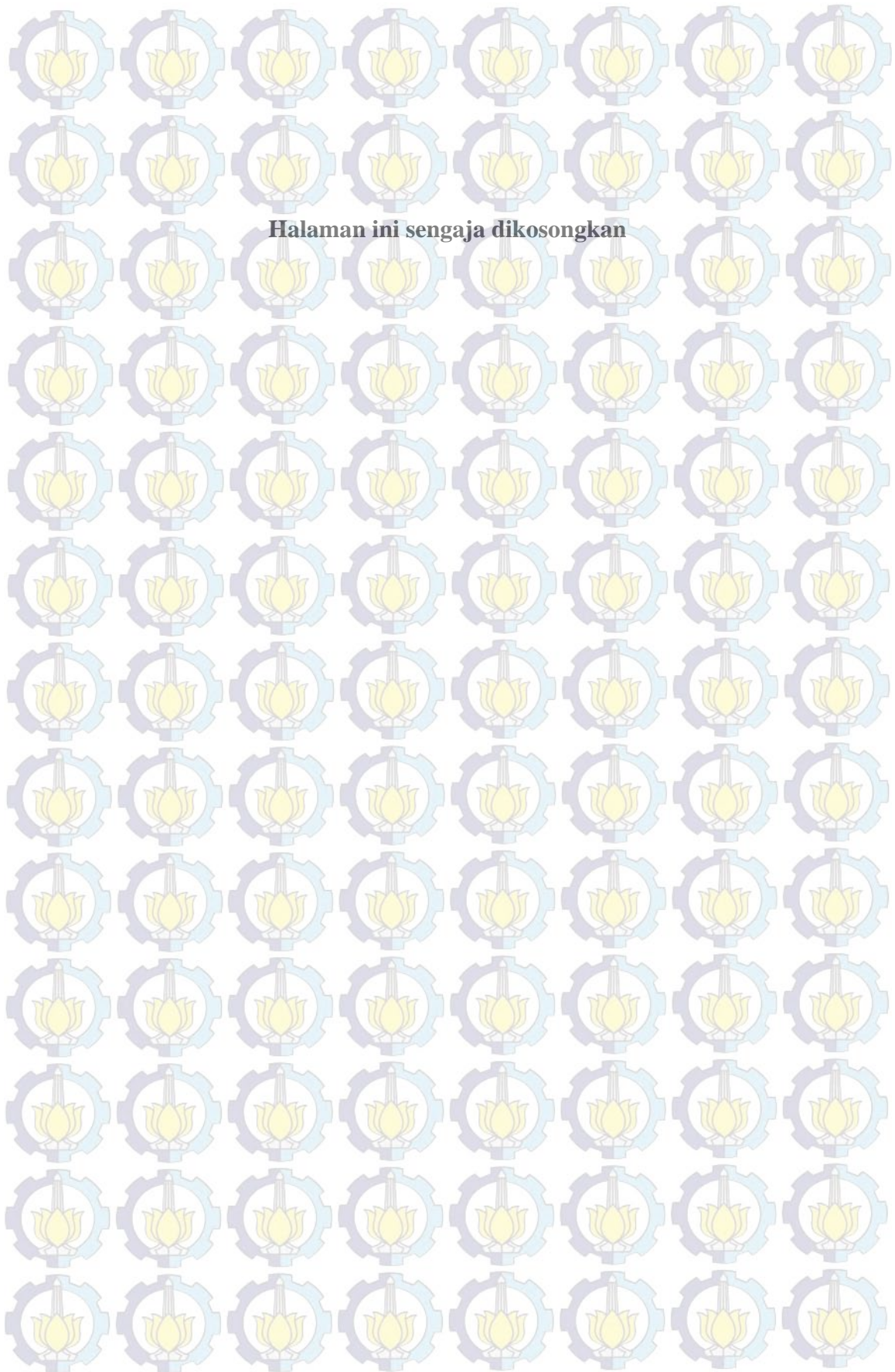
ZnO murni memiliki celah energi yang lebar sehingga hanya memiliki efisiensi fotokatalitik sebesar 5 % dari energi matahari. Agar penggunaan energi matahari dapat efektif, maka perlu dilakukan usaha untuk memperkecil energi gap dan memperbesar penyerapan cahaya. Salah satu caranya menggunakan doping. Doping dapat diartikan sebagai penambahan pengotor pada material dengan tujuan memodifikasi karakteristik elektroniknya. Metode doping yang umum digunakan adalah menambahkan berbagai senyawa dye organik dan mendoping semikonduktor dengan logam.

Bahan semikonduktor merupakan bahan setengah penghantar yang berada di antara isolator dan konduktor. Bila lebar celah pita energi (*band gap energy*) sangat besar sekitar 6 eV (Intan), maka bahan tersebut dikategorikan sebagai bahan isolator. Sebaliknya, apabila lebar celah pita energi sekitar 0.1 eV maka bahan tersebut dikategorikan sebagai konduktor. Jenis semikonduktor dapat dikategorikan dalam dua kelompok berdasarkan jenis pembawa muatan yakni semikonduktor intrinsik dan semikonduktor ekstrinsik. Semikonduktor intrinsik adalah semikonduktor yang masih murni belum terjadi sisipan dari atom lain (*doped*). Semikonduktor ekstrinsik adalah semikonduktor yang sudah mengalami

penyisipan atom dari atom lain. Semikonduktor ini dikelompokkan lagi menjadi 2 tipe yaitu semikonduktor ekstrinsik *tipe-p* dan *tipe-n*. Untuk *tipe-n* mayoritas pembawa muatan adalah elektron, dan minoritas adalah *hole*. Sebaliknya, semikonduktor *tipe-p* mayoritas pembawa muatan adalah *hole* dan minoritas adalah elektron.

Doping adalah salah satu teknik yang digunakan untuk menambahkan sejumlah kecil atom pengotor ke dalam struktur kristal semikonduktor. Tujuan *pendopingan* adalah untuk mengoptimalkan sifat dari suatu material. Ketika semikonduktor *didoping* dengan impuritas maka semikonduktor menjadi ekstrinsik. seng oksida memiliki beberapa kelemahan seperti area permukaan yang kecil atau ukuran partikel yang besar dan energi celah pita yang kurang sesuai ($E_g = 3,4 \text{ eV}$) apabila diaplikasikan pada cahaya tampak Berdasarkan hasil penelitian sebelumnya, nanostruktur *doping* dengan logam transisi adalah salah satu metode yang efektif untuk menyelesaikan permasalahan energi tingkat permukaan dari ZnO. Hal ini dapat dilakukan dengan merekayasa konsentrasi material yang *didoping* sehingga sifat-sifat fisik, terutama sifat optik dapat ditingkatkan [2].

Kebanyakan ZnO memiliki karakteristik *tipe-n* bahkan tanpa adanya *pendopingan*. *Pendopingan tipe-n* mudah dicapai dengan menggantikan Zn dengan kelompok unsur golongan III yaitu Al, Ga, In atau menggantikan oksigen dengan kelompok unsur golongan VII yaitu klorin atau yodium. *Pendopingan* ZnO yang memiliki karakteristik *tipe-p* sulit dilakukan karena sifat kelarutannya yang rendah. Hal tersebut tidak hanya berlaku untuk ZnO tetapi juga untuk senyawa seperti GaN dan ZnSe.



BAB 3

METODE PENELITIAN

3.1 Alat dan Bahan

3.1.1 Alat

Alat-alat yang digunakan dalam penelitian ini adalah: neraca digital, beker glass, spatula kaca, krusibel, pengaduk magnet (*stirring magnetik*), kertas pH (*universal indicator*), kertas saring whattman 42, aluminium foil, *furnace* tipe RHF 1400. Sedangkan peralatan yang digunakan untuk karakterisasi adalah X-Ray *Diffractometer* (XRD) digunakan untuk identifikasi fasa sampel secara kualitatif maupun kuantitatif, dan SEM digunakan untuk identifikasi morfologi sampel secara kualitatif

3.1.2 Bahan

Bahan yang digunakan dalam penelitian ini antara lain: Zinc Acetat Dyhidrat, serbuk Al, pelarut HCl 37%, agen pengendap NH_4OH , *aquadest* dan alkohol.

3.2 Prosedur Sintesis

Proses pertama yaitu pelarutan serbuk $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ dan serbuk Mn ($x = 0,00, 0,01, 0,02, 0,03$) dilakukan dengan menambahkan larutan HCl 37% yang telah diencerkan menjadi larutan HCl 0,5 M. Dilakukan pengadukan dengan menggunakan *magnetic stirrer* sampai larutan menjadi homogen. Kemudian dilakukan penambahan larutan NH_4OH 0,5 M dengan metode titrasi sehingga larutan bercampur. Setelah itu larutan prekursor diuji pH-nya dengan menggunakan kertas uji (indikator universal). Dilakukan penambahan larutan NH_4OH pekat sampai tercapai pH larutan prekursor yang diinginkan. Penelitian ini menggunakan pH prekursor 9. Setelah larutan prekursor berada pada pH yang diinginkan, maka langkah selanjutnya yaitu larutan prekursor diaduk menggunakan *magnetic stirrer* beberapa saat. Setelah itu dilakukan penyaringan endapan yang terbentuk. Setelah disaring endapan yang terbentuk dicuci dengan menggunakan larutan *aquades* dan dilakukan proses pengeringan dalam oven dengan suhu sebesar 100°C . Setelah proses pengeringan kemudian serbuk dikalsinasi pada suhu 400°C selama 3 jam.

3.3 Karakterisasi Material

3.3.1 X-Ray Diffractometer (XRD)

Identifikasi fasa-fasa kristalin sampel hasil sintesis dilakukan dengan pengujian XRD Tipe *Philips X'Pert PRO* di Laboratorium Difraksi Sinar-X RC (*Research Center*) LPPM ITS Surabaya, seperti ditunjukkan pada Gambar 3.2. Pengukuran ini akan dilakukan pada sudut $20-70^\circ$ dan *step size* $0,04^\circ$ dengan tegangan 40 kV dan arus 30 mA menggunakan target Cu ($\lambda=1,54056 \text{ \AA}$).

Analisis awal yang digunakan dalam penelitian ini adalah analisis kualitatif yaitu identifikasi fasa yang terbentuk melalui pencocokan (*matching*) antara pola XRD terukur dengan model yang telah ada. Sekuensi 2θ -intensitas dan list hkl yang cocok antara pola XRD terukur dan model, mengindikasikan bahwa sampel yang didifraksi tersebut mengkristal dengan struktur yang dimiliki model, demikian juga dengan fasanya. Pencocokan dilakukan menggunakan program Match!2. Selanjutnya, dianalisis dengan menggunakan perangkat lunak *Rietica* yang berbasis pada penghalusan *Rietveld* dijalankan untuk menginvestigasi struktur kristal, sekaligus kuantifikasi fasa dalam % berat ataupun % volume (Pratapa, 2009).



Gambar 3.6Seperangkat peralatan XRD *Philips X'Pert PRO*

3.3.2 Scanning Electron Microscopy (SEM)

SEM adalah salah satu jenis mikroskop elektron yang menggunakan berkas elektron untuk menggambar profil permukaan benda. Prinsip kerja SEM adalah menembakkan berkas elektron berenergi tinggi pada permukaan benda. Permukaan benda yang dikenai berkas akan memantulkan kembali berkas tersebut

atau menghasilkan elektron sekunder ke segala arah. Pantulan elektron-elektron sekunder, elektron-elektron terhambur dan radiasi sinar-X karakteristik akan memberikan informasi tentang keadaan sampel seperti bentuk permukaan (topografi) dan komposisi kimia yang terkandung dalam material (jika dihubungkan dengan alat EDX). Tetapi akan ada satu arah dimana berkas dipantulkan dengan intensitas tinggi. Detektor di dalam SEM mendeteksi dan menentukan lokasi berkas yang dipantulkan dengan intensitas tertinggi. Arah tersebut memberi informasi profil permukaan benda seperti seberapa landai dan kemana arah kemiringan.

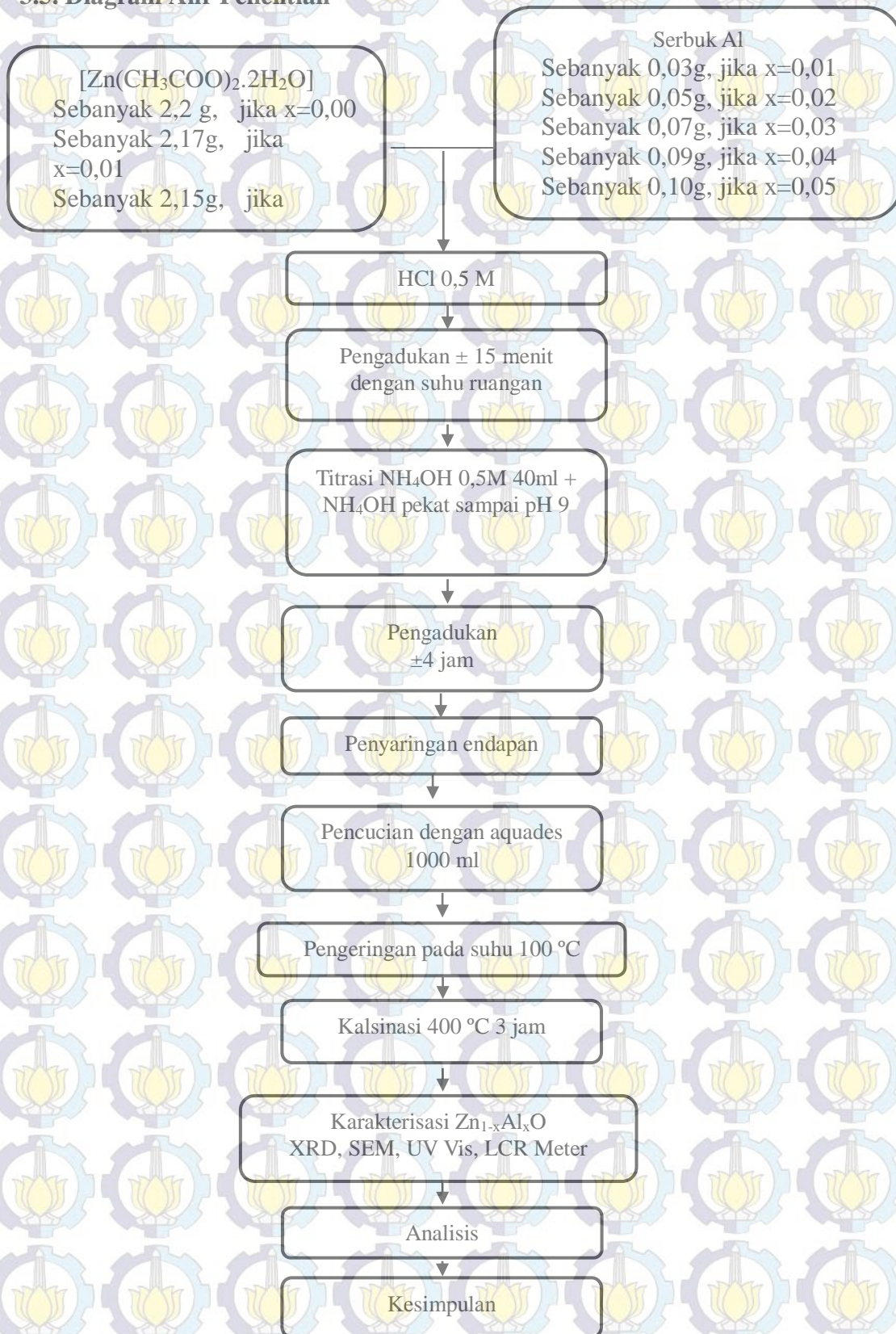
3.5 Metode Analisis Ukuran Partikel dengan Software MAUD

MAUD (*Material Analysis Using Diffraction*) dipakai untuk ekstraksi data ukuran kristal dan distribusi ukuran kristal atau bisa juga untuk regangan sisa/perubahan regangan akibat penggilingan yang dilakukan pada bahan. MAUD merupakan salah satu *software* yang digunakan untuk penghalusan data dengan menggunakan bentuk fungsi puncak *Pseudo-Voigt*. Adapun beberapa penelitian lain yang menggunakan perangkat lunak MAUD untuk analisis ukuran kristal, yaitu penelitian yang dilakukan oleh Guilmeau pada tahun 2004, yang berjudul *Combined Analysis of Texture Alumina Ceramics by Neutron Diffraction* dengan hasil analisis dari proses penghalusan ukuran kristal sebesar 137 nm. Proses penghalusan dilakukan dengan menghaluskan parameter *background*, faktor skala, parameter kisi, faktor termal, parameter-parameter pelebaran puncak, ukuran kristal, distribusi ukuran kristal (Dv), dan distribusi *microstrain* secara berurutan. Setelah dilakukan penghalusan menggunakan perangkat lunak MAUD didapatkan ukuran kristal yang dapat dilihat secara langsung dari hasil keluaran MAUD (*analysis, result*) (Pratapa, 2004).

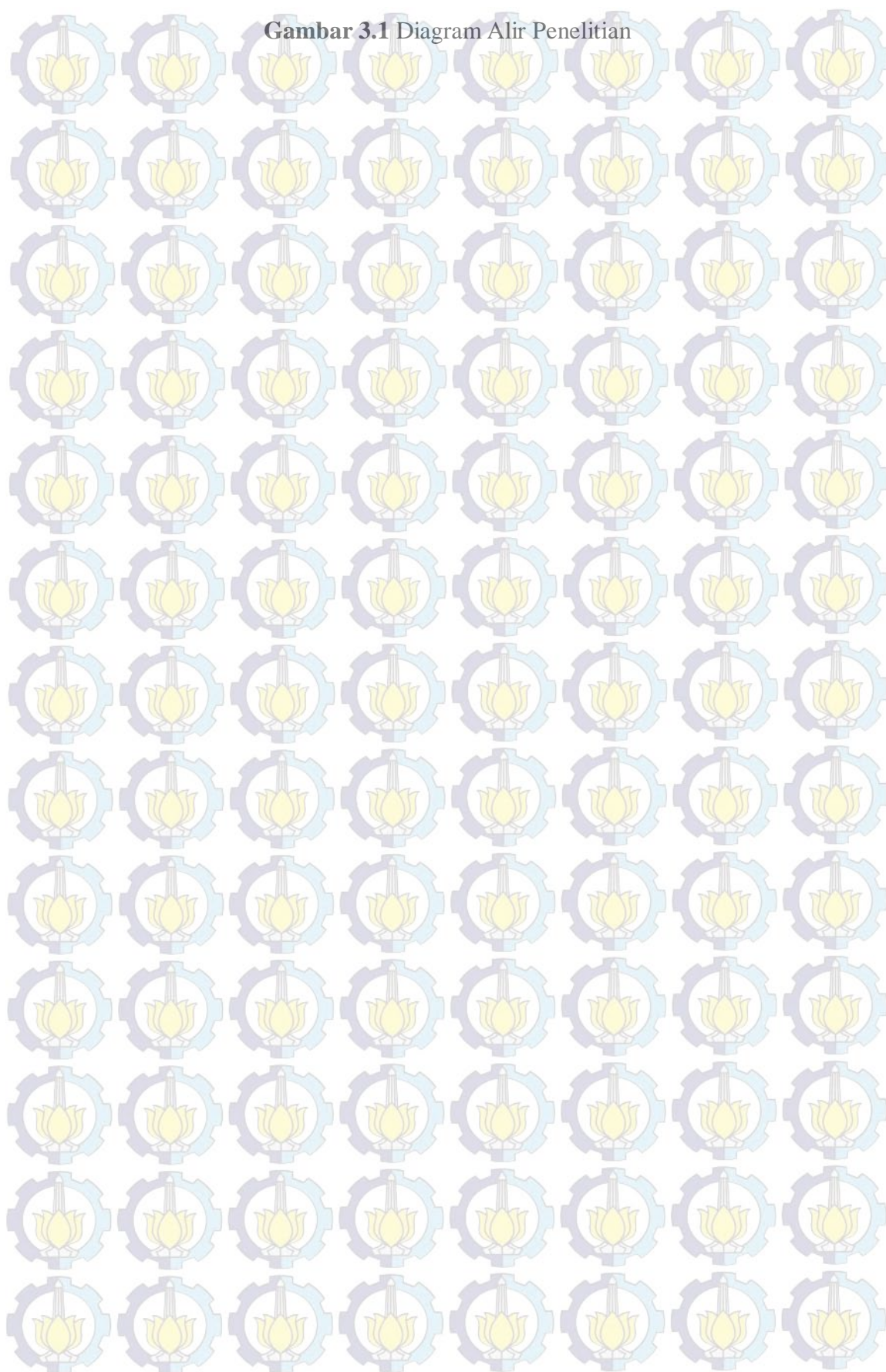
Analisis ukuran kristal bertujuan untuk mengetahui ukuran kristal dengan menggunakan perangkat lunak MAUD. Perangkat lunak ini dirancang oleh ahli kristalografi Italia, yaitu Luca Lutterotti, dan sangat baik dalam menganalisis material berlapis (*layered materials*), misalnya material lapisan tipis. Fitur-fitur dalam perangkat lunak ini antara lain:

- ♦ Analisis fasa kuantitatif.
- ♦ Analisis mikrostruktur (termasuk ukuran kristal, *r.m.s. microstrain* dan distribusi ukuran dan regangan kristal).
- ♦ Analisis tekstur dengan model-model antara lain March-Dollase, *harmonic*, *exponential harmonic* dan *standard function*.
- ♦ Ketebalan film dan model-model absorpsi.
- ♦ Data input berupa *.cpi.
- ♦ Pengumpulan data instrumen sebagai koreksi instrumen dalam ekstraksi informasi mikrostruktur.

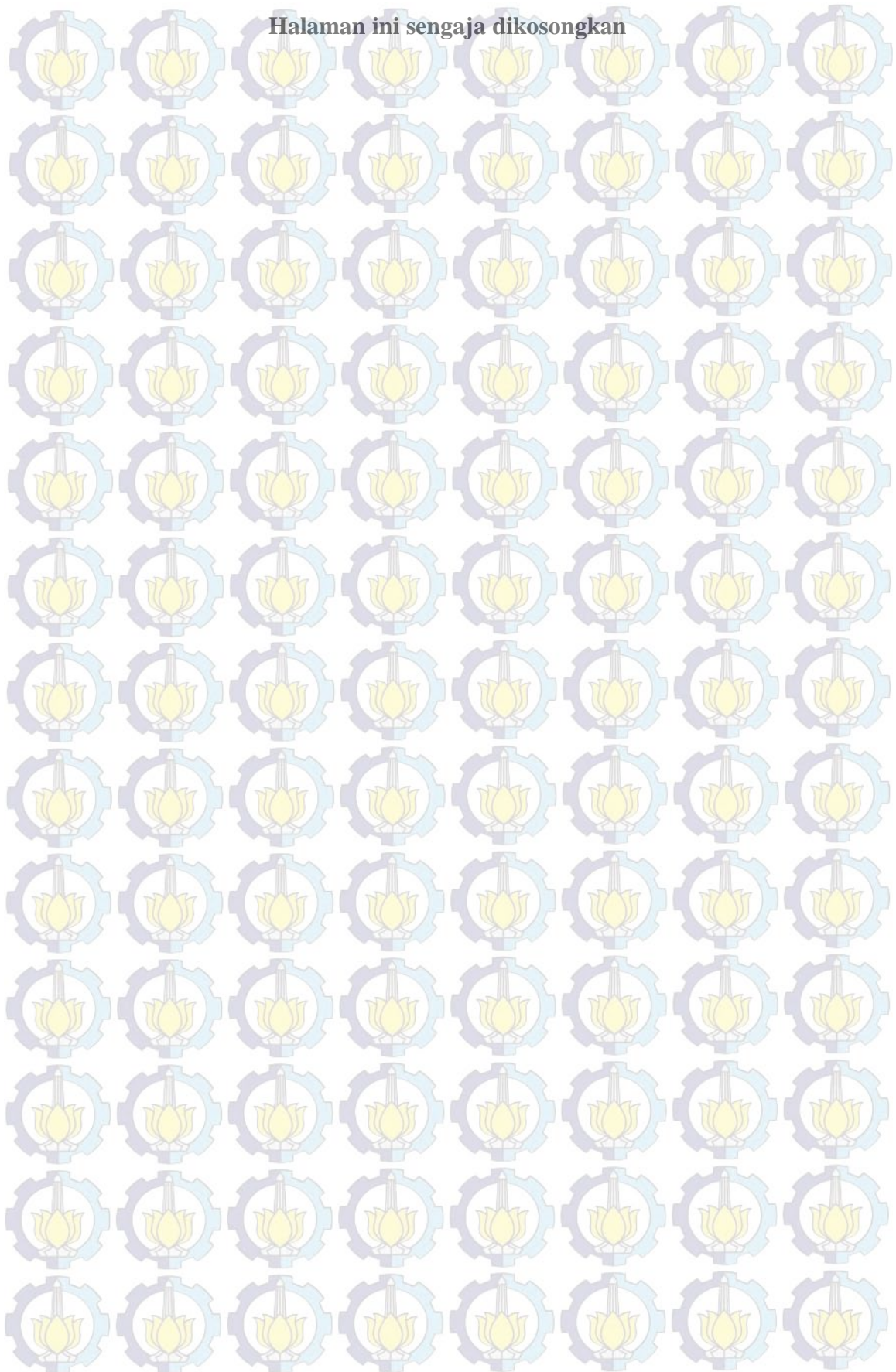
3.5. Diagram Alir Penelitian



Gambar 3.1 Diagram Alir Penelitian



Halaman ini sengaja dikosongkan



BAB 4

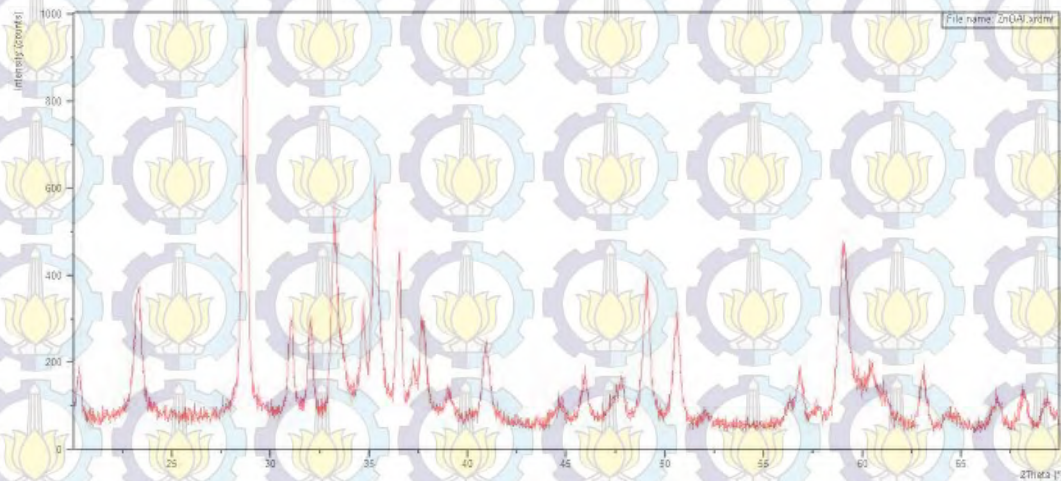
ANALISIS DAN PEMBAHASAN

4.1 Hasil Pola Difraksi XRD $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ($x = 0, 0,01, 0,02, 0,03, 0,04$, dan $0,05$)

4.1.1 Pola Difraksi XRD $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ sebelum Dilakukan Kalsinasi

Pengukuran dengan difraksi sinar-X bertujuan untuk mengetahui struktur kristal ZnO. Alat uji yang digunakan adalah XRD Philips Analytical X-Ray B. V dengan jenis difraktor berupa PW 170 dan anoda Cu ($\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$, beroperasi pada 40 kV dan 30 mA).

Sebelum dilakukan kalsinasi juga dilakukan pengujian XRD dan didapatkan hasil pola difraksinya sebagai berikut,



Gambar 4.1 Grafik Pola Difraksi $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ sebelum Kalsinasi

Gambar 4.1 merupakan pola difraksi $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ sebelum dilakukan kalsinasi. Dari pola difraksi tersebut didapatkan kesesuaian puncak difraksi dengan database ZnO. Hasil analisis dengan *software match!* Sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-079-0207 dari fasa ZnO dengan puncak-puncak muncul di sekitar sudut 2θ seperti pada gambar pola difraksi sinar-X (Gambar 4.1) dan data disajikan dalam tabel 4.1. Berdasarkan Tabel 4.1 dan Gambar 4.2 terlihat

bahwa fasa anorganik yang terbentuk adalah *Zinc Oxide* (ZnO) yang berbentuk heksagonal dengan struktur kristal *Zincite*.

Tabel 4.1 Posisi 2 theta dari puncak difraksi *zincite*-ZnO

No.	Posisi [°2Theta]	Bidang Kristal (hkl)
1	31,59	(100)
2	34,29	(002)
3	36,08	(101)
4	47,40	(102)
5	56,39	(110)
6	62,70	(103)
7	66,19	(200)
8	67,77	(112)
9	68,98	(201)

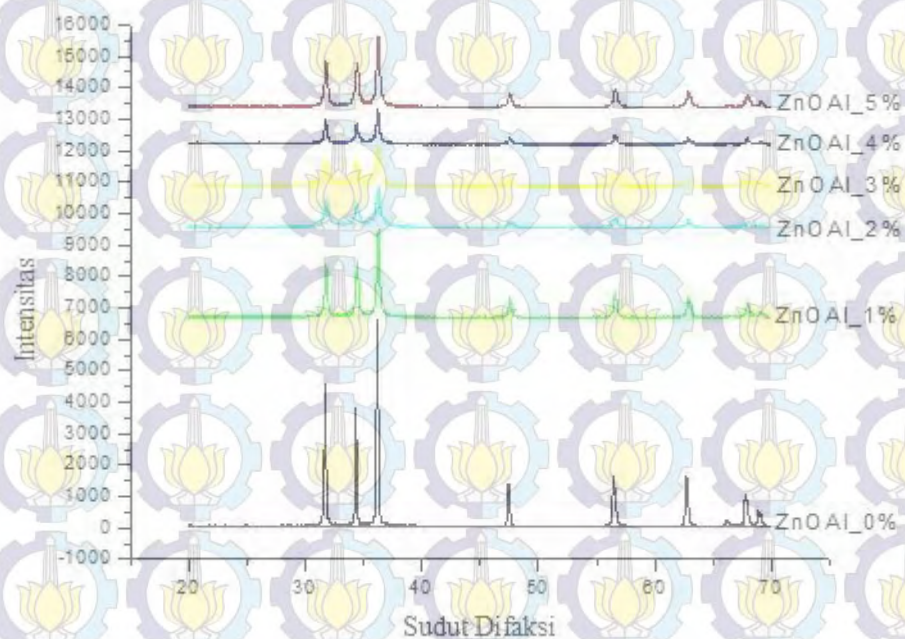
Namun terlihat bahwa dalam pola difraksi yang ditunjukkan pada gambar 4.1 tidak sepenuhnya murni fase ZnO tetapi masih terdapat impuritas didalamnya.

Impuritas tersebut dari hasil pencocokan menggunakan *software match!* Sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-074-0413 yaitu fasa Hydroxyl Ammonium Chloride (NH₃OHCl). Persentase fasa antara ZnO dan NH₃OHCl adalah 88% : 12%. Hal ini menunjukkan bahwa dengan proses sintesis Zn_{1-x}Al_xO dengan menggunakan metode kopresipitasi dengan suhu rendah sudah mengindikasikan terbentuknya fase Zn_{1-x}Al_xO. Namun dengan hasil yang diberikan masih belum murni yang sesuai dengan fase ZnO sebagai basisnya. Dari hasil pola difraksi tersebut, mengacu pada hasil DSC-TGA dilakukan kalsinasi pada suhu 400°C yang bertujuan untuk menghasilkan kemurnian fasa. Suhu 400°C yang digunakan ini masih dalam rentang suhu yang rendah untuk menghasilkan suatu fasa tertentu.

4.1.2 Poladifraksi $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ($x = 0,00, 0,01, 0,02, 0,03, 0,04$ dan $0,05$) setelah

Kalsinasi

Pola difraksi $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ($x = 0,00, 0,01, 0,02, 0,03, 0,04$, dan $0,05$) hasil sintesis dengan menggunakan metode kopresipitasi dan dilakukan kalsinasi pada suhu 400°C ditunjukkan dalam Gambar 4.2.



Gambar 4.2 Pola difraksi hasil sintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan variasi dopan Al berturut-turut ($x = 0,00, 0,01, 0,02, 0,03, 0,04$, dan $0,05$)

Gambar 4.2 menunjukkan pola difraksi $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan variasi doping ion Al^{3+} , dengan pola difraksi variasi doping dari yang terendah yaitu $x=0$ sampai yang tertinggi $x=0,05$. Hasil analisis dengan *software match!* Sesuai dengan data PDF (*Powder Diffraction File*) 00-079-0207 dari fasa ZnO terlihat bahwa fasa anorganik yang terbentuk adalah *Zinc Oxide* (ZnO) yang berbentuk heksagonal dengan struktur kristal *Zincite*. Dari Gambar 4.2 diperoleh kesesuaian puncak hasil difraksi dengan database ZnO yaitu pada (hkl) (100), (002), (101), (102), (110), (103), (200), (112), dan (201) yang menempati lokasi $2\theta=31,59^\circ, 34,29^\circ, 36,08^\circ,$

47,40°, 56,39°, 62,70°, 66,19°, 67,77° dan 68,98°. Selain itu tampak juga pergeseran parameter kisi pada masing-masing pola difraksi grafik ZnO yang didoping Al. Hal ini mengindikasikan keberhasilan doping Al masuk pada senyawa induk ZnO.

Dari hasil pola difraksi terjadi pergeseran parameter kisi. Untuk analisis adanya pergeseran kisi pada sampel $Zn_{1-x}Al_xO$ digunakan perangkat lunak *Rietica*. Pada tabel 4.2 diberikan hasil analisis parameter kisi sampel $Zn_{1-x}Al_xO$ menggunakan *Rietica*.

Tabel 4.2 Data hasil analisis parameter kisi menggunakan *Rietica*

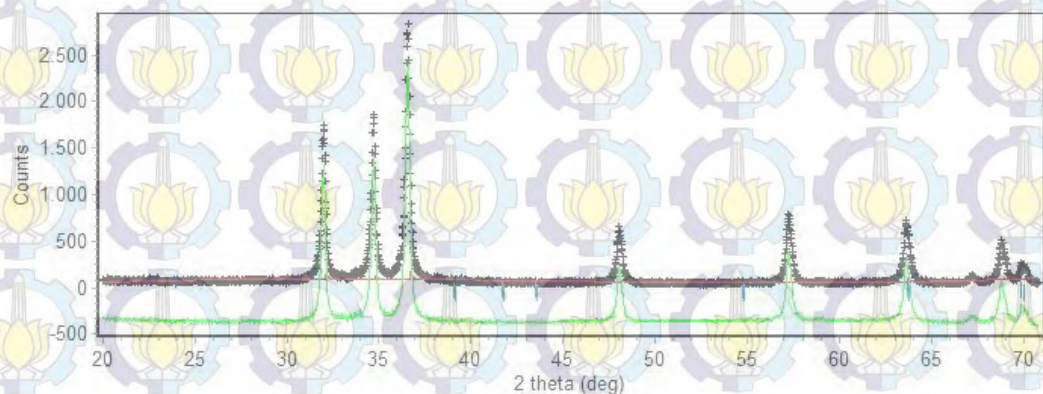
No	Parameter	x = 0.00	x = 0.01	x = 0.02	x = 0.03	x = 0.04	x = 0.05
1	a = b	3,2533	3,253	3,25	3,249	3,24	3,215
2	c	5,2073	5,207	5,2071	5,207	5,2038	5,2033
3	$\alpha = \beta$	90°	90°	90°	90°	90°	90°
4	γ	120°	120°	120°	120°	120°	120°
5	volume cell	47,7286	47,7171	47,6300	47,5998	47,3073	46,5756

Dari tabel 4.2 dapat terlihat bahwa parameter kisi a, b, dan c berubah-ubah dengan bertambahnya doping, meskipun perbedaannya sangat kecil. Pada doping Al dengan x = 0; 0.01; 0.02; 0.03; 0.04 dan 0.05 parameter kisi a, b, dan c berubah semakin kecil. Hal ini juga menyebabkan volume cell semakin kecil juga. Dan berhubungan dengan sudut 2θ semakin besar sehingga dari grafik akan bergeser ke kanan. Karena terjadi pergeseran kisi ini mengindikasikan bahwa doping Al^{3+} telah masuk pada senyawa induk ZnO dan menggantikan sebagian posisi dari ion Zn^{2+} pada komposisi senyawa $Zn_{1-x}Al_xO$. Selain itu juga dapat dijelaskan dengan meninjau jari-jari doping ion Al^{3+} ($r = 0,68 \text{ \AA}$) lebih kecil dari jari-jari basis ion Zn^{2+} .

($r = 0,74\text{\AA}$) sehingga terjadi penyempitan jarak antar atomnya. Karena jari-jari ion pendoping lebih kecil, akibatnya volume cell senyawa bahan akan ikut berkurang.

Berdasarkan hasil percobaan ini dapat diamati bahwa dopan Al^{3+} dengan konsentrasi yang lebih tinggi semakin memperkecil parameter kisi. Parameter kisi dan volume cell terkecil yaitu pada $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan dopan Al^{3+} 0,05, parameter kisi dan volume cell terbesar pada $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan dopan Al^{3+} 0,00. Berdasarkan grafik pola XRD $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan variasi dopan ion Al^{3+} 0% sampai 5% dapat dilihat tidak ada perubahan fasa yang dideteksi dengan *software match2!*. Fase tunggal zincite berbentuk heksagonal dimiliki oleh semua sampel pada percobaan ini. Hal ini menunjukkan bahwa ion Al^{3+} telah berhasil mensubstitusi sebagian ion Zn^{2+} tanpa menghadirkan fasa baru (*single phase*).

Hasil keluaran grafik pola pencocokan dengan *software Rietica* ditunjukkan pada Gambar 4.3. Berdasarkan Gambar 4.3 tampak pola pencocokan data difraksi terukur sesuai dengan model



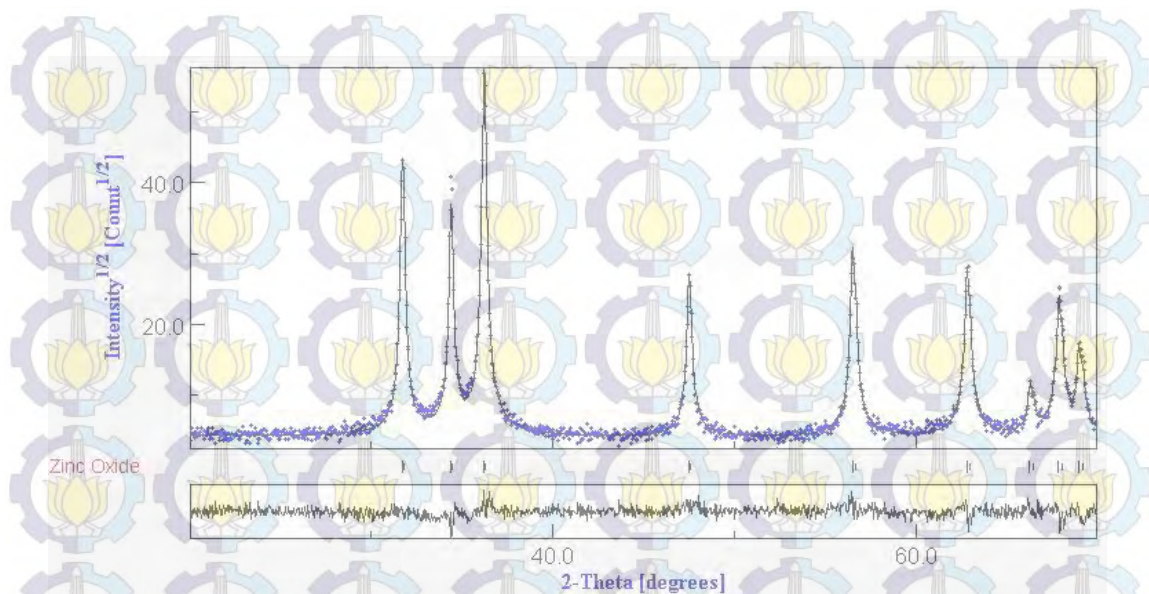
Gambar 4.3 Pola pencocokan grafik XRD untuk sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ untuk ($x=0,01$) dengan database ZnO menggunakan *Rietica*. Pola difraksi model digambarkan dengan warna hijau dan pola difraksi hasil penelitian digambarkan dengan garis lurus warna hitam.

4.3 Analisis Ukuran Kristal dengan *Software Material Analysis Using Diffraction* (MAUD)

Hasil uji XRD yang menghasilkan pola puncak-puncak difraksi menggambarkan tingkat kekristalan suatu bahan. Selain itu, puncak difraksi mengindikasikan ukuran kristal fasa-fasa pada suatu sampel. Semakin lebar puncak difraksi, maka ukuran kristalnya akan semakin kecil. Untuk analisis ukuran kristal pada sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ digunakan perangkat lunak MAUD (Lutteroti, 2006).

Contoh plot penghalusan terhadap data terukur sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan $x=0,01$ ditunjukkan pada gambar 4.4. Dari hasil pencocokan antara pola difraksi terhitung dengan pola difraksi terukur diperoleh nilai luaran hasil penghalusan pada setiap parameter-parameter penghalusan. Hasil analisis penghalusan dengan MAUD yang dilakukan pada sampel ZnO dapat dinyatakan *acceptable* apabila nilai Sig < 2%.

Hasil keluaran grafik pola pencocokan dengan *software* MAUD ditunjukkan pada gambar 4.4. Berdasarkan gambar 4.4 tampak pola pencocokan data difraksi terukur sesuai dengan model. Dari semua pencocokan data difraksi terukur dengan model tidak semuanya *acceptable*. Untuk data hasil penelitian yang menghasilkan nilai sig > 2%, sehingga hasil analisis tersebut tidak dapat dikatakan *acceptable* atau *non acceptable*. Dalam penelitian ini semua data yang diolah dengan *software* MAUD menghasilkan nilai sig < 2, sehingga dapat dikatakan hasil pengukurannya dapat diterima (*acceptable*).



Gambar 4.3. Pola pencocokan grafik XRD untuk sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ untuk ($x=0,02$) dengan database ZnO menggunakan MAUD. Pola difraksi terukur digambarkan dengan warna biru dan pola difraksi terhitung digambarkan dengan garis lurus warna hitam. Kurva paling bawah adalah plot selisih antara pola difraksi terukur dan pola difraksi terhitung. Garis-garis tegak menyatakan posisi-posisi puncak Bragg.

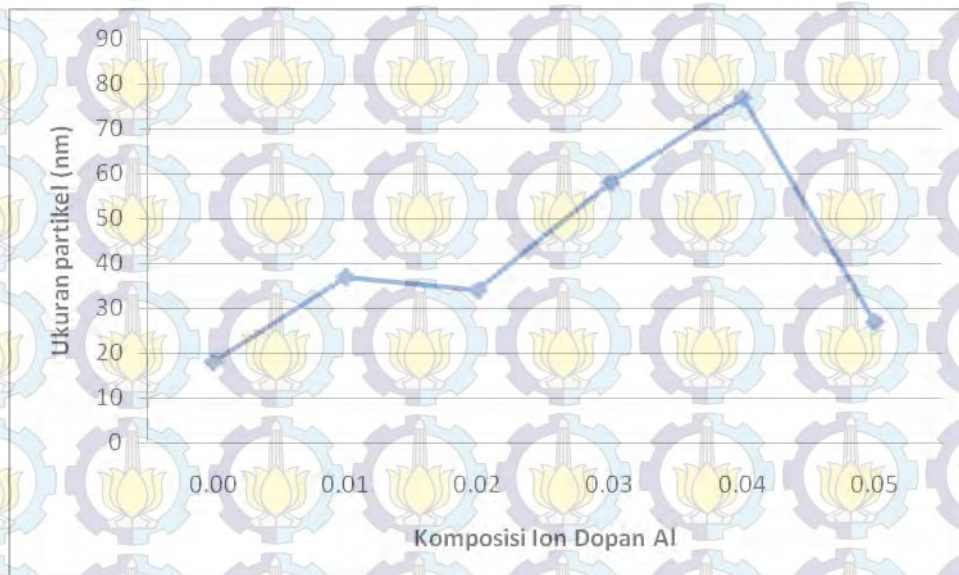
Dari hasil analisis menggunakan MAUD didapatkan informasi keluaran berupa ukuran kristal. Berikut tabel 4.3 yang memberikan informasi ukuran kristal $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan variasi doping.

Tabel 4.3. Nilai ukuran kristal $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ untuk variasi komposisi dopan ion Al^{3+}

No	Komposisi dopan ion Al^{3+}	Ukuran Kristal (nm)
1	0,00	18
2	0,01	37
3	0,02	34
4	0,03	58
5	0,04	77
6	0,05	27

Dari hasil analisis menggunakan MAUD, dengan penambahan doping terjadi perubahan ukuran kristal. Dengan bertambahnya doping membuat ukuran kristal

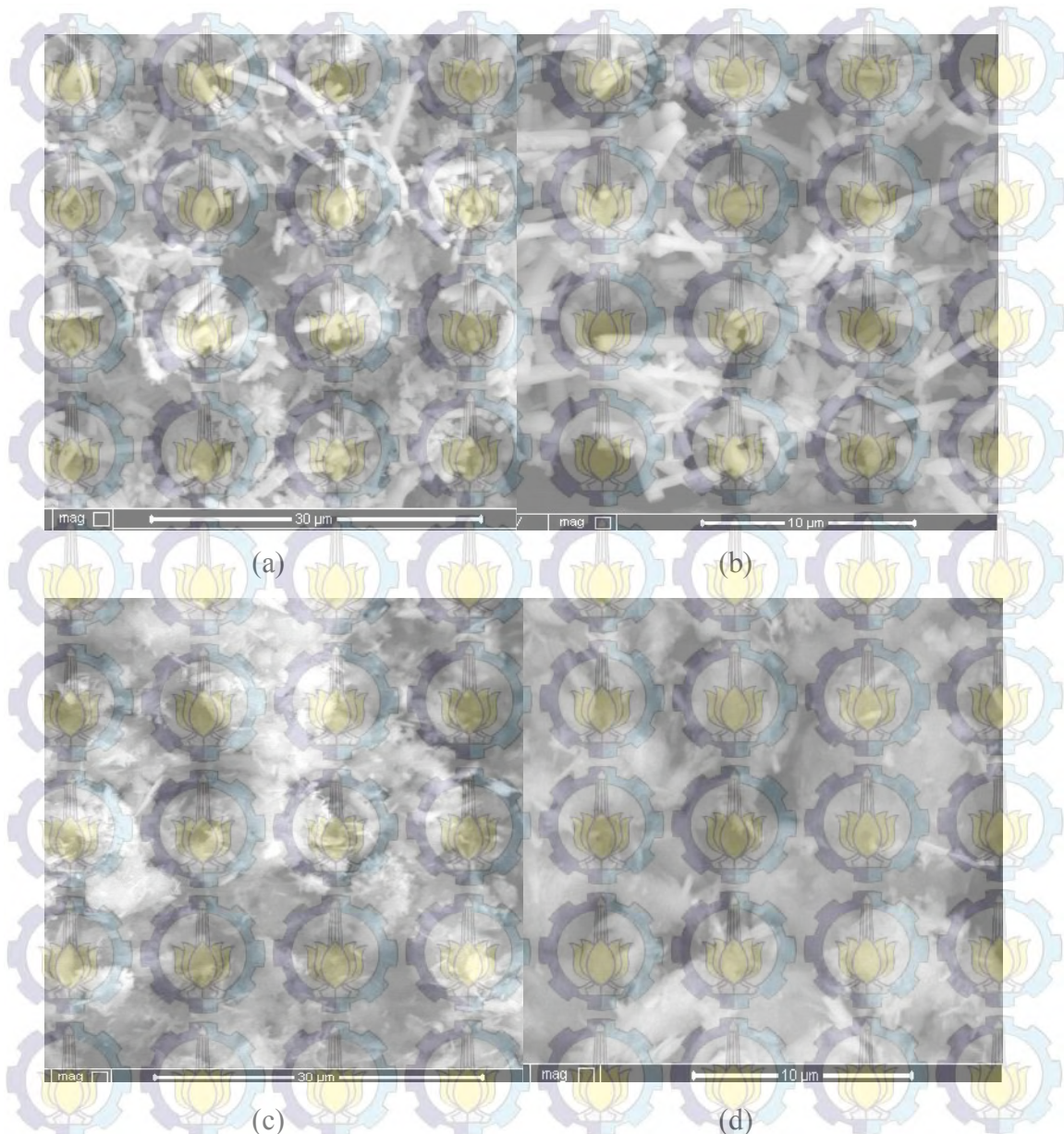
berubah-ubah namun tetap dalam skala nanometer karena di bawah 100nm. Ukuran kristal yang besar mengindikasikan bahwa kristal tersebut sempurna dan memiliki puncak difraksi yang tinggi.



Gambar 4.5 Grafik Hubungan antara Variasi Doping Al^{3+} dengan Ukuran Kristal

4.4 Hasil Uji *Scanning Electron Microscopy* (SEM)

Pengujian *Scanning Electron Microscopy* dilakukan untuk mengetahui bentuk morfologi dari partikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan variasi komposisi dopan ion Al^{3+} . Berdasarkan hasil pengujian SEM dapat diketahui bahwa bentuk morfologi dari partikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ yaitu *nano wire* dapat dilihat pada Gambar 4.6. Penelitian sebelumnya dilakukan oleh Sul Lee pada tahun 2008 yang dapat mensintesis nanopartikel ZnO dengan metode simple polyol diperoleh ZnO nanowire.



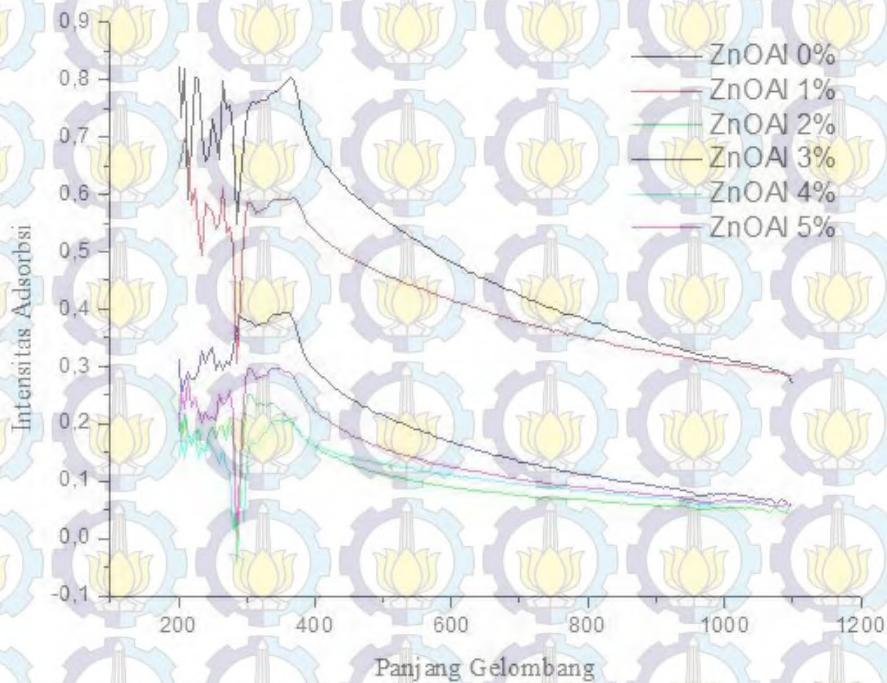
Gambar 4.6 Hasil uji SEM $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan komposisi dopan ion Al^{3+} (a) $x=0,00$ perbesaran 5.000x (b) $x=0,00$ perbesaran 10.000x (c) $x=0,05$ perbesaran 5.000x (d) $x=0,05$ dengan perbesaran 10.000x.

Dari hasil SEM ditunjukkan bahwa dengan penambahan doping Al yang diberikan, morfologi yang dihasilkan semakin halus. Hal ini karena ukuran jari-jari ion dopan Al^{3+} lebih kecil daripada ion induk Zn^{2+} .

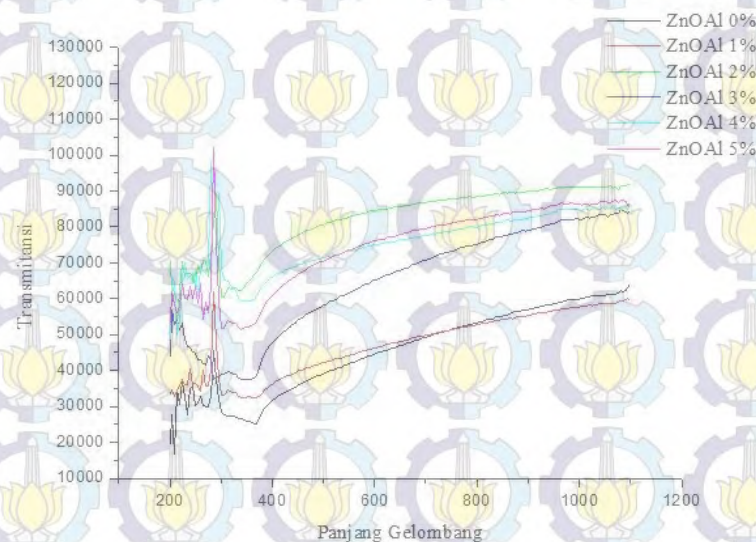
4.5 Karakterisasi Optik Dengan Menggunakan Spektrofotometer UV-Vis

Spektrum absorpsi dan transmitansi dari nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan

variasi doping Al ($x=0,00, 0,01, 0,02, 0,03, 0,04$ dan $0,05$) dalam UV dan rentang visible dapat ditunjukkan pada gambar 4.7 dan gambar 4.8.



Gambar 4.7 Grafik hubungan antara panjang gelombang (λ) dan Intensitas absorpsi pada $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ($x= 0.00, 0.01, 0.02, 0.03, 0.04$, dan 0.05).



Gambar 4.8 Grafik hubungan antara panjang gelombang (λ) dan Transmittansi pada $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ($x= 0.00, 0.01, 0.02, 0.03, 0.04$, dan 0.05).

Pada gambar grafik 4.7 diberikan hubungan antara panjang gelombang dan absorbansi. Hal ini dapat dijelaskan hubungan antara panjang gelombang dan energi. Pada sampel material nanopartikel $Zn_{1-x}Al_xO$ yang diuji dengan spektrofotometer uv-vis, disinari dengan gelombang elektromagnetik. Sampel dapat menyerap gelombang (energi) yang diberikan. Foton akan diserap oleh elektron dalam material. Setelah menyerap foton, maka elektron akan berusaha meloncat ke tingkat energi yang lebih tinggi. Apabila energi yang diberikan pada sampel melebihi energi minimum, maka elektron dalam partikel akan berpindah dari pita valensi ke pita konduksi. Apabila elektron yang menyerap foton mula-mula berada pada puncak pita valensi, maka tingkat energi terdekat yang dapat diloncati elektron adalah dasar pita konduksi. Jarak kedua tingkat energi tersebut sama dengan lebar celah pita energi. Jika energi foton yang diberikan kurang dari lebar celah pita energi, maka elektron tidak bisa meloncat ke pita konduksi. Elektron tetap pada pita valensi. Dalam keadaan ini dapat dikatakan elektron tidak menyerap foton. Radiasi yang diberikan pada material diteruskan menembus material (transmisi). Elektron baru akan meloncat ke pita konduksi hanya jika energi foton yang diberikan lebih besar daripada lebar celah pita energi. Elektron menyerap energi foton tersebut. Dalam hal ini dapat dikatakan terjadi absorpsi gelombang oleh material. Apabila frekuensi gelombang yang diberikan pada material diubah-ubah, maka energi gelombang tempat terjadinya penyerapan oleh material bersesuaian dengan lebar celah pita energi material.

Pada panjang gelombang yang besar memiliki energi yang kecil dan sebaliknya pada panjang gelombang yang kecil mempunyai energi yang besar. Setiap material dapat menyerap energi pada panjang gelombang tertentu sesuai dengan nilai lebar celah pita energi yang dimiliki oleh material tersebut. Dari grafik hubungan antara panjang gelombang dengan nilai adsorbansi pada material nanopartikel $Zn_{1-x}Al_xO$ mengalami perubahan penyerapan pada panjang

gelombang antara 200-400nm. Hal ini menunjukkan bahwa sampel dapat menyerap foton pada panjang gelombang rendah, yaitu pada energi yang tinggi.

Sifat optik sampel *Al doped ZnO* nanopartikel dikarakterisasi menggunakan *Genesys 10S SpectrophotometerUv-vis* untuk mengetahui spektrum penyerapannya. Hasil dari pengujian yang dilakukan dengan spektrofotometer adalah hubungan absorbansi dengan panjang gelombang (λ) pada jangkauan panjang 250-1100 nm. Kemudian spektrum transmisi yang diperoleh diolah menggunakan metode *Tauc Plot* untuk mendapatkan celah pita optik. Keluaran dari *Genesys 10S SpectrophotometerUv-vis* tersebut berupa nilai absorbansi dengan satuan OD (optical density)

$$OD = \log_{10} \frac{1}{T} = \frac{\alpha l}{2.303} \quad \dots\dots\dots 4.1$$

Sehingga

$$\alpha = \frac{OD \cdot 2.303}{l} \quad \dots\dots\dots 4.2$$

Dimana T adalah transmisi, α koefisien absorpsi dan l merupakan ketebalan sampel (Tauc, 1978).

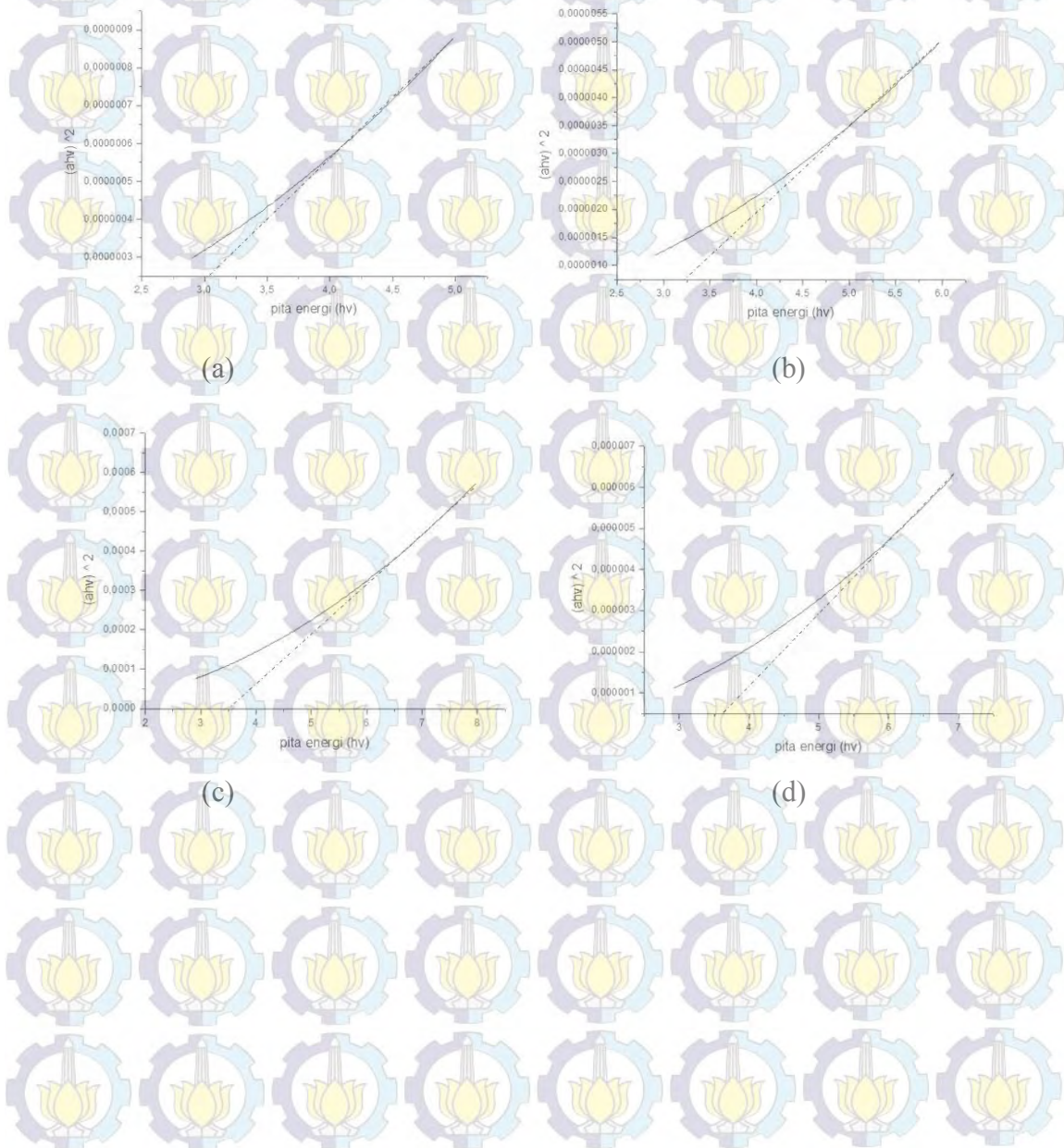
Dari hasil karakterisasi menggunakan *Genesys 10S SpectrophotometerUv-vis* didapatkan hubungan λ dengan absorbansi seperti pada Gambar 4.7. Disini terlihat bahwa rentang absorpsi *Al doped ZnO* berada pada rentang λ 250 nm – 1100 nm. Rentang ini berada pada rentang daerah *Ultraviolet* dan cahaya tampak.

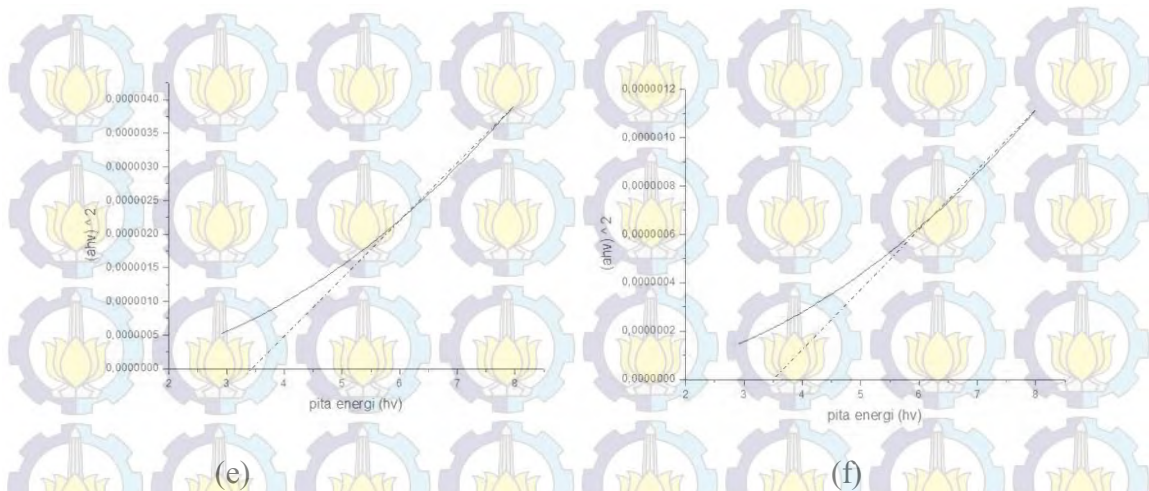
Penentuan nilai energi celah pita optik menggunakan metode *tauc plot* dengan menggunakan persamaan dibawah ini.

$$(h\nu\alpha)^{1/n} = A(h\nu - E_g) \quad \dots\dots\dots 4.3$$

Dimana h adalah konstanta planck, ν adalah frekuensi dengan $\nu = c/\lambda$, E_g adalah lebar celah pita energi, dan A merupakan konstanta proporsional. Dengan nilai

eksponen n menunjukkan sifat dari transisi sample. Untuk transisi *direct allowed* $n = 1/2$, transisi *indirect allowed* $n = 3/2$ dan untuk transisi *indirect allowed* $n = 2$, transisi *indirect forbidden* $n = 3$. ZnO termasuk dalam *direct band gap*, sehingga digunakan $n = 1/2$. (Tauc, 1978). Dimana setelah itu dibuat grafik hubungan $h\nu$ dan $(h\nu)^{1/2}$ dan ditarik garis yang bersinggungan dengan titik belok pada kurva, serta nilai $h\nu$ dari sumbu horizontal adalah nilai energi celah pita tersebut seperti terlihat pada gambar 4.9.





Gambar 4.9 Grafik Tauc Plot hasil karakterisasi $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan spektrofotometer UV-Vis (a) $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dopan Al 0,00 (b) $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dopan Al 0,01 (c) $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dopan Al 0,02 (d) $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dopan Al 0,03 (e) $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dopan Al 0,04 dan (f) $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dopan Al 0,05

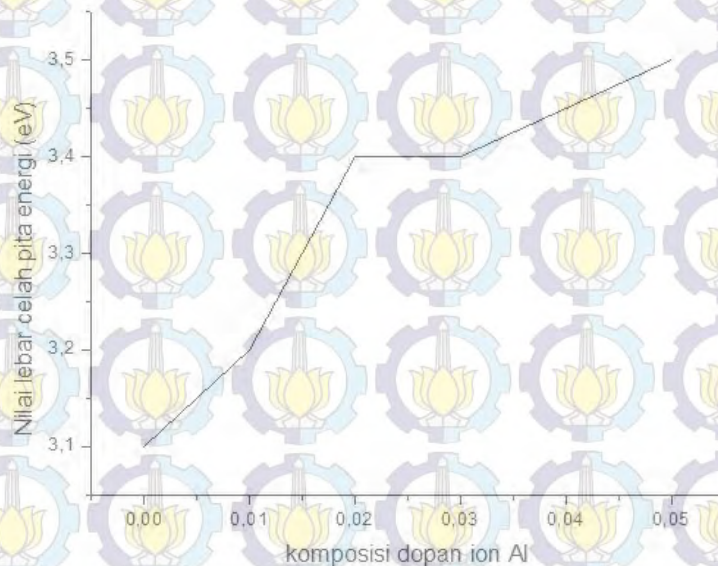
Pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh (Sharma dkk, 2003) dilaporkan hasil energi gap pada ZnO adalah sebesar 3,3 eV. Pada penelitian ini dilaporkan hasil energi gap pada $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ($x = 0.00, 0.01, 0.02, 0.03, 0.04$, dan 0.05) yang ditunjukkan pada tabel 4.4.

Pada gambar 4.10 dapat diketahui bahwa nilai energi gap (E_g) dari masing-masing sampel naik dari 3,1 eV sampai 3,5 eV seiring dengan meningkatnya konsentrasi Al sebagai atom *dopant*. Hal ini dapat dijelaskan berkaitan dengan sifat celah pita energi pada sampel ZnO dengan dopan Al. Struktur elektronik dari ZnO dimodifikasi secara substansial melalui penambahan dopan Al dengan orbital Al 3s yang dominan. Oleh karena orbital Al 3s berada pada level energi yang lebih tinggi daripada Zn 4s, maka substitusi Al ke dalam ZnO akan menggeser pita konduksi minimum (conduction band-edge) ke level energi yang lebih tinggi, sehingga memperbesar celah pita energi sebagai hasil dari bergabungnya ion dopan Al pada posisi Zn di kisi ZnO.

Dengan menggunakan metode *tauc plot* sehingga di peroleh nilai E_g -nya untuk setiap sample ditampilkan pada Tabel 4.4 dan *diplot* yang ditunjukkan pada gambar 4.10 sebagai berikut.

Tabel 4.4 Energi Gap $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ untuk variasi komposisi dopan ion Al^{3+}

No	Komposisi Dopan ion Al	Pita Energi (eV)
1	0,00	3,10
2	0,01	3,20
3	0,02	3,40
4	0,03	3,40
5	0,04	3,45
6	0,05	3,50



Gambar 4.10 Grafik Hubungan antara Variasi Doping Al^{3+} dengan Energi Gap (eV). Sumbu-x menyatakan nilai pita energi dan sumbu-y menyatakan komposisi dopan Al.

4.6 Karakterisasi Sifat Listrik Nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dengan LCR Meter

Pengujian sifat listrik untuk sampel nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ hasil sintesis dengan metode kopresipitasi dengan variasi konsentrasi ion dopan Al^{3+} dilakukan dengan metode LCR meter. Dari hasil pengujian sifat listrik ini diperoleh nilai konduktivitas masing-masing sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$. Konduktivitas listrik nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ menurun dengan bertambahnya konsentrasi ion

dopan Al^{3+} . Berdasarkan hasil pengujian LCR meter diperoleh nilai konduktivitas untuk sampel nanopartikel ZnO murni yaitu sebesar $10.5 \times 10^3 \text{ S/m}$, dan untuk nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ diperoleh nilai konduktivitas yang menurun dari $5.27 \times 10^3 \text{ S/m}$ sampai $0.25 \times 10^3 \text{ S/m}$. Data nilai konduktivitas untuk masing-masing sampel dapat dilihat pada tabel 4.5

Tabel 4.5 Nilai Konduktivitas sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ hasil pengujian LCR Meter

Komposisi Dopan	Konduktivitas (S/m)
0,00	$10,5 \times 10^3$
0,01	$5,270 \times 10^3$
0,02	$3,330 \times 10^3$
0,03	$1,667 \times 10^3$
0,04	$1,180 \times 10^3$
0,05	$0,250 \times 10^3$

Pada penelitian sebelumnya yang telah dilakukan oleh Gunan Srinet 2013 mensintesis nanopartikel ZnO doping Aluminium dengan menggunakan metode dekomposisi termal didapatkan nilai pita energi yang naik dari 3.04 sampai 3.20 eV sebanding dengan penambahan prosentase dopan Aluminium.

Dan terjadi kenaikan nilai resistivitas dengan bertambahnya prosentase doping Aluminium. Hal ini menunjukkan terjadinya penurunan nilai konduktivitas, oleh karena nilai resistivitas berbanding terbalik dengan konduktivitas. Penelitian lain dilakukan oleh F.A. Garces 2014 yang telah mengkarakterisasi film tipis (thin film) ZnO doping Aluminium dengan metode spray pyrolysis. Hasil penelitian F.A. Garces memberikan informasi terjadi penurunan nilai konduktivitas dari sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ dari $50 \Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$ menjadi $20 \Omega^{-1}\text{cm}^{-1}$ untuk variasi penambahan prosentase dopan Aluminium.

Menurut Karthikeyan dan Pandiyarajan (2010) dan Huang et al. (2012),

terjadinya kenaikan celah pita energi terhadap konsentrasi ion dopan (impuritas) dapat dijelaskan dengan pendekatan yang disebut dengan efek Burstein-Moss.

Secara prinsip, efek ini berkaitan dengan perubahan atau pergeseran keadaan-keadaan level energi elektronik pada pita konduksi dan pita valensi yang dimiliki oleh material semikonduktor wide bandgap yang diberi impuritas atau pengotor oleh unsur lain, di mana dalam penelitian ini material semikonduktor ZnO telah dikotori oleh dopan Aluminium. Apabila level doping lebih kecil daripada kerapatan kristis Motts, peningkatan celah pita energi sebanding dengan peningkatan densitas pembawa muatan bebas akibat bertambahnya konsentrasi dopan di dalam material semikonduktor tersebut. Hal ini sesuai dengan hasil penelitian ini, di mana kenaikan lebar celah pita energi sebanding dengan kenaikan prosentase dopan ion Al^{3+} . Suatu material apabila nilai celah pita energi semakin besar, maka material cenderung bersifat isolator, sebaliknya apabila nilai celah pita energi semakin kecil maka akan cenderung bersifat konduktor dan apabila berada di tengah-tengahnya bersifat semikonduktor. Berdasarkan hasil bertambahnya prosentase ion dopan Al^{3+} maka material bersifat semakin isolator. Hal ini sesuai dengan analisis hasil uji UV-Vis di mana terjadi kenaikan nilai celah pita energi untuk penambahan konsentrasi dopan ion Al^{3+} yang artinya material bersifat semakin isolator.

Pada penelitian ini, sintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ menurunkan konduktifitas sebanding dengan penambahan konsentrasi dopan ion Al^{3+} . Pada material basis ZnO, Zn^{2+} memiliki valensi 2, sementara dopan ion Al^{3+} memiliki valensi 3. Hal ini apabila ditinjau dari sifat elektronik, maka pada Zn memiliki 2 elektron bebas pada kulit terluar dan pada Al mempunyai 3 elektron bebas pada kulit terluar, maka Al memiliki konduktivitas lebih besar daripada Zn. Apabila digantikan Zn dengan Al ini dapat terjadi penurunan konduktifitas. Hal ini dapat dijelaskan karena pada proses sintesis nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ ini terbentuk Al_2O_3 . Senyawa Al_2O_3 ini bersifat isolator di mana memiliki nilai konduktifitas lebih dari 6 eV. Ion

Al^{3+} dari senyawa Al_2O_3 ini masuk ke dalam basis ZnO dan menggantikan sebagian posisi Zn di dalam basis ZnO menjadi $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$. Hal inilah yang menyebabkan terjadinya penurunan konduktifitas dari material nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ sebanding dengan penambahan konsentrasi dopan ion Al^{3+} .

BAB 5

KESIMPULAN DAN SARAN

5.1 Kesimpulan

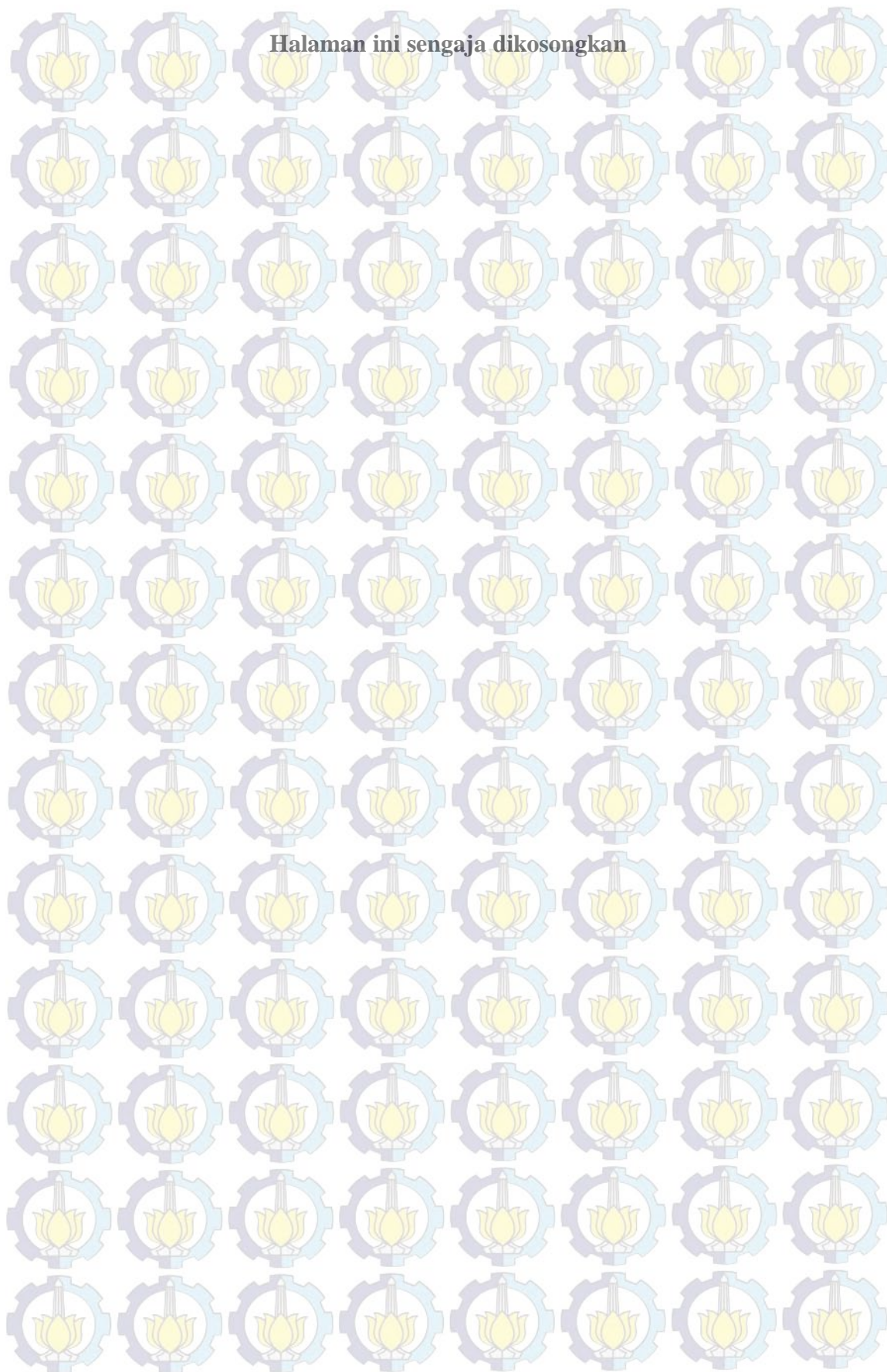
Dari hasil penelitian yang berjudul “Sintesis Nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ melalui Metode Kopresipitasi dan Karakterisasi Sifat Listrik” dapat ditarik kesimpulan sebagai berikut:

1. Peningkatan dopan ion Al^{3+} pada Nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Mn}_x\text{O}$ menurunkan parameter kisi a, b, dan c.
2. Penambahan dopan ion Al^{3+} pada Nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ merubah ukuran kristal $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$.
3. Peningkatan dopan ion Al^{3+} pada Nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ menaikkan energi gap (Eg) $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$.
4. Berdasarkan hasil pengujian SEM dapat diketahui bahwa bentuk morfologi dari partikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ yaitu *nano wire*.
5. Peningkatan dopan ion Al^{3+} pada Nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ menurunkan nilai konduktivitas.

5.2 Saran

Perlu dilakukan penelitian lebih lanjut untuk menghasilkan data yang lebih maksimal. Terutama pada sifat listrik dan sifat optik perlu dikaji lebih dalam lagi. Karena sifat listrik dan sifat optik pada setiap peneliti menghasilkan data yang berbeda-beda dengan metode yang berbeda pula.

Halaman ini sengaja dikosongkan



DAFTAR PUSTAKA

Abdullah, M. 2009. *Pengantar Nanosains*. Bandung: Penerbit ITB.

Abdullah, M., Virgus, Y., Nirmin, Khairurrijal, 2008. Review Sintesis Nanomaterial. *J Nanosains dan Nanoteknologi* 1–25.

Akermi, Mehdi, Nawfel Sakly, Rafik Ben Chaabane, and Hafedh Ben Ouada. “Effect of PEG-400 on the Morphology and Electrical Properties of ZnO Nanoparticles Application for Gas Sensor.” *Materials Science in Semiconductor Processing* 16, no. 3 (June 2013): 807–817.

Ben Mahmoud, H.J. Von Bardeleben, J.L. Cantin, E. Chikoidze, A. Mauger, J. Appl. Phys. 101 (2007) 013902.

Callister, J.W.D., 2003. *Materials Science and Engineering: An Introduction*. John Wiley & Sons, Inc., New York.

Chikoidze, Y. Dumont, F. Jomard, D. Ballutaud, P. Galtier, O. Gorochoy, D. Ferrand, J. Appl. Phys. 97 (2005) 10D327.

Damayanti. 2010. Analisis Tingkat Kekristalan Campuran α -Al₂O₃ dan Gelas Amorf. Surabaya: Laporan Tugas Akhir Fisika FMIPA-ITS.

Duan, Jinxia, Xintang Huang, and Enke Wang. “PEG-assisted Synthesis of ZnO Nanotubes.” *Materials Letters* 60, no. 15 (July 2006): 1918–1921.

Foner, Simon (1959). "[Versatile and Sensitive Vibrating-Sample Magnetometer](#)". *Rev. Sci. Instrum.* **30** (7): 548–557

Gu Z.B., Yuan C.S., Lu, Wang, Wu, Zhang, Zhu, Zhu, Chen, J. Appl. Phys. 98 (2005) 053908.

Hou, Xianming, Feng Zhou, Bo Yu, and Weimin Liu. "PEG-mediated Synthesis of ZnO Nanostructures at Room Temperature." *Materials Letters* 61, no. 11–12 (May 2007): 2551–2555.

Kim K. J, Y.R. Park, J. Appl.Phys. 8 (2002) 1420.

Kim Y.M, Yoon M., PlaceTypeI.W. Park, J.H. Lyou, Solid PlaceTypeState Commun. 129 (2004) 175.

Langford, J.I. Wilson, A.J.C. Okt 1977. Sceherrer after Sixty Years: A Survey and Some New Results in the Determination of Crystallite Size.J. Appl. Cryst 11: 102–113.

Liu, Zhifeng, Zhengguo Jin, Wei Li, and Jijun Qiu. "Preparation of ZnO Porous Thin Films by Sol–gel Method Using PEG Template." *Materials Letters* 59, no. 28 (December 2005): 3620–3625.

Liu, Yang, Zhang Jin, and Bao. "Influence of annealing temperature on structural, optic and magnetik properties of Mn-doped ZnO thin Films prepared by sol-gel method." *Journal of Magnetism and Magnetik Materials* 321 (2009) 3406–3410.

Pratapa, S., 2004. Bahan Kuliah Difraksi Sinar-X. Jurusan Fisika FMIPA ITS, Surabaya.

Pratapa, S., 2009. Analisis data Difraksi Menggunakan Metode Rietveld. Surabaya.

S.W. Jung, S.J. An, G.C. Yi, Appl. Phys. Lett. 80 (2002) 4561.

Thongtem, Titipun, Sirirapha Jattukul, Anukorn Phuruangrat, and Somchai Thongtem. "The Effect of H₂O and PEG on the Morphologies of ZnO Nanostructures Synthesized Under Microwave Radiation." *Journal of Alloys and Compounds* 491, no. 1–2 (February 18, 2010): 654–657.

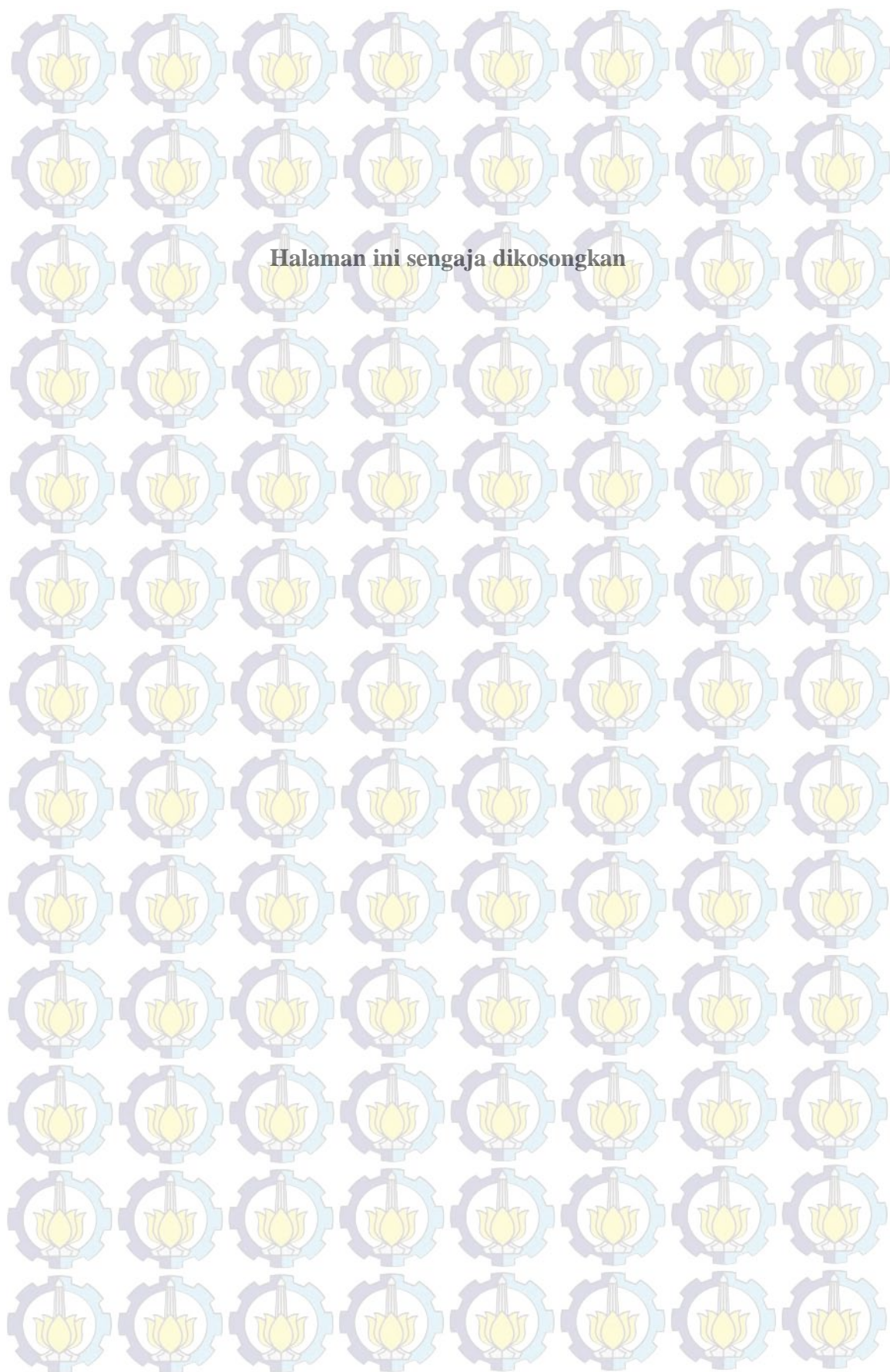
Tian, Zhengrong R., James A. Voigt, Jun Liu, Bonnie Mckenzie, Matthew J. Mcdermott, Mark A. Rodriguez, Hiromi Konishi, and Huifang Xu. "Complex and Oriented ZnO Nanostructures." *Nature Materials* 2, no. 12 (December 2003): 821–826.

Tshabalala, M.A., B.F. Dejene, and H.C. Swart. "Synthesis and Characterization of ZnO Nanoparticles Using Polyethylene Glycol (PEG)." *Physica B: Condensed Matter* 407, no. 10 (May 15, 2012): 1668–1671.

Van Vlack, L.H. 1994. Ilmu dan Teknologi Bahan edisi kelima. diartikan oleh Djaprie, S. Jakarta: Erlangga.

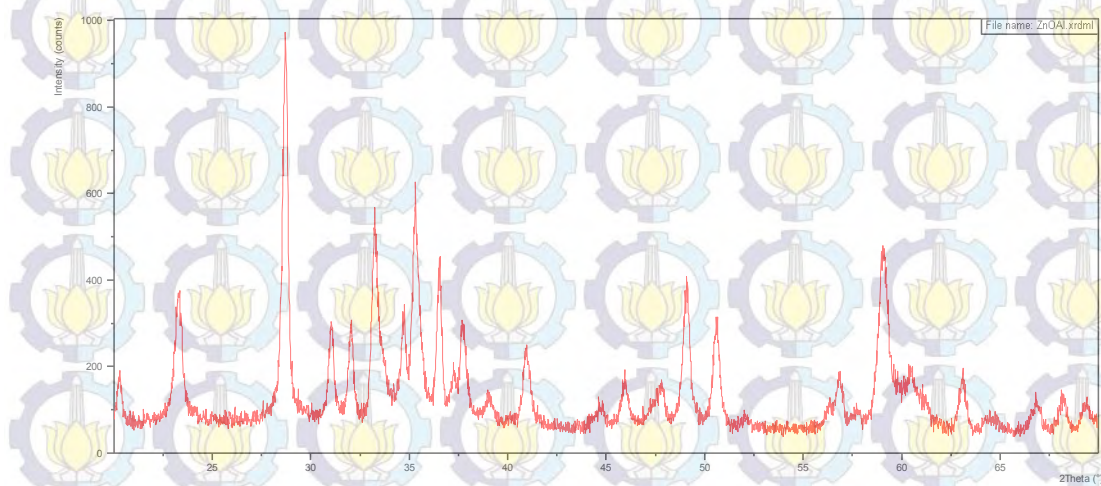
Vidyasagar, C.C., and Y. Arthoba Naik. "Surfactant (PEG 400) Effects on Crystallinity of ZnO Nanoparticles." *Arabian Journal of Chemistry* no. 0. Accessed September 27, 2013.

Yantiningtyas, D., 2010. Sintesis Serbuk Nano Brucite dengan Metode Kopresipitasi.

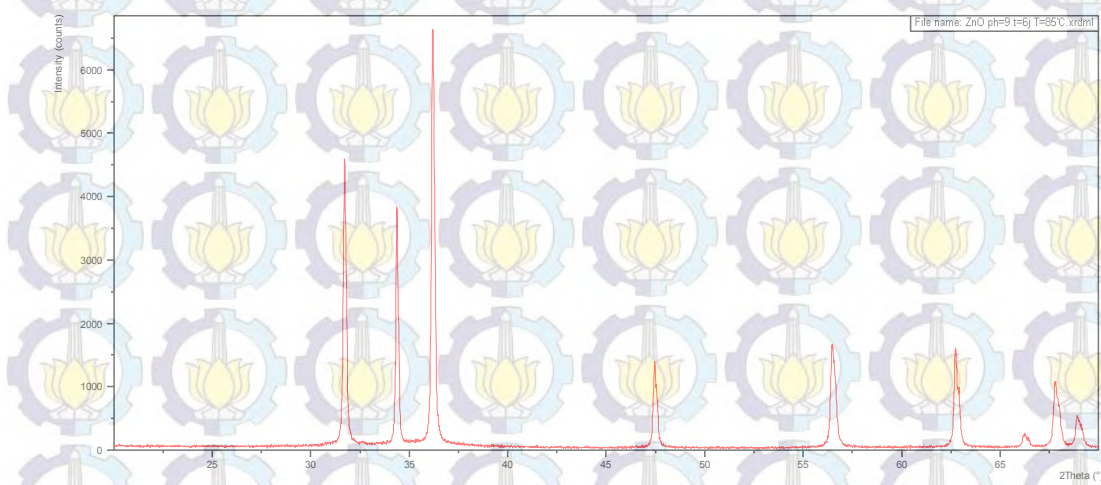


LAMPIRAN A

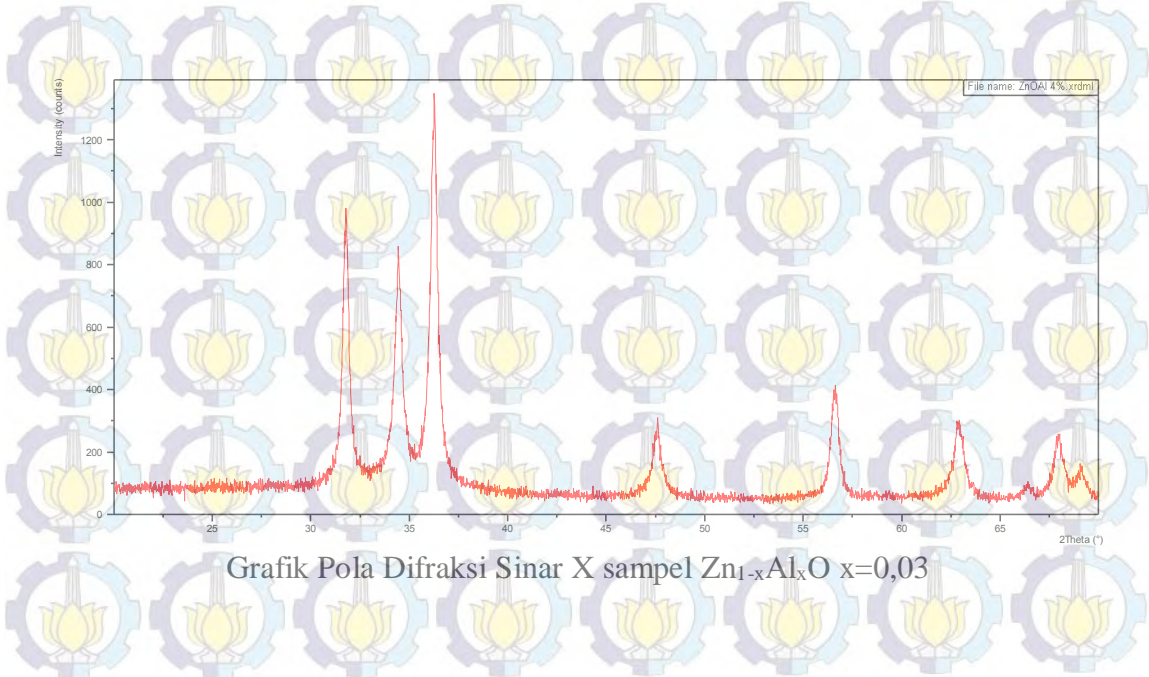
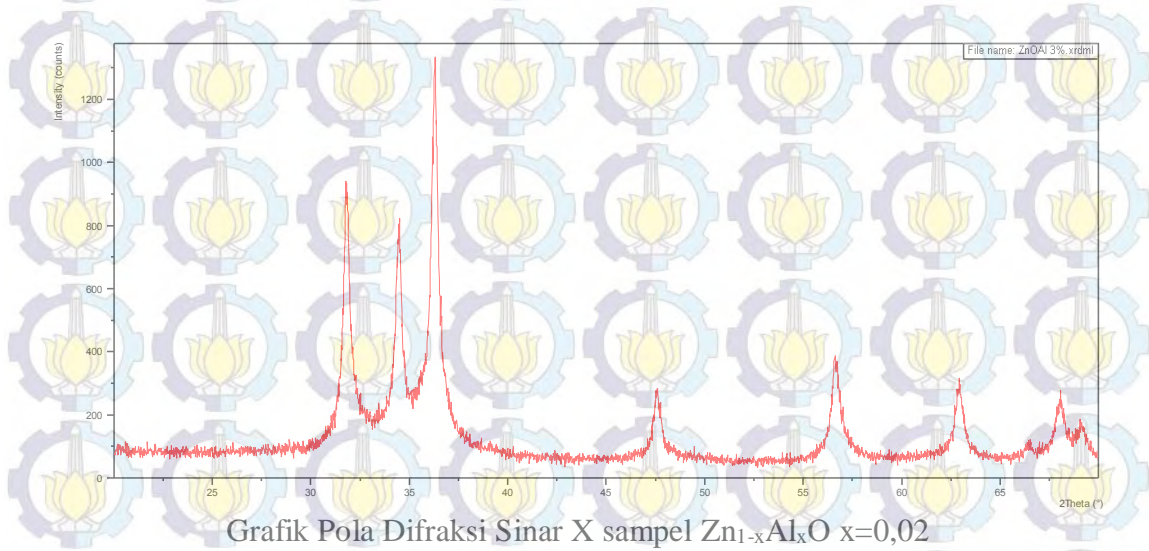
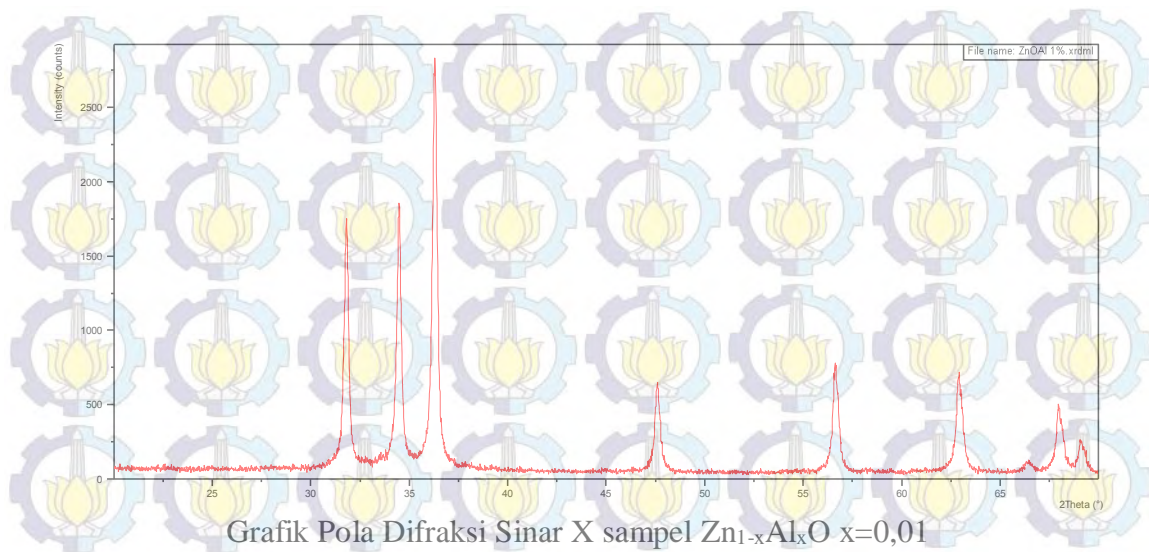
GRAFIK HASIL UJI X-RAY DIFFRACTION (XRD)

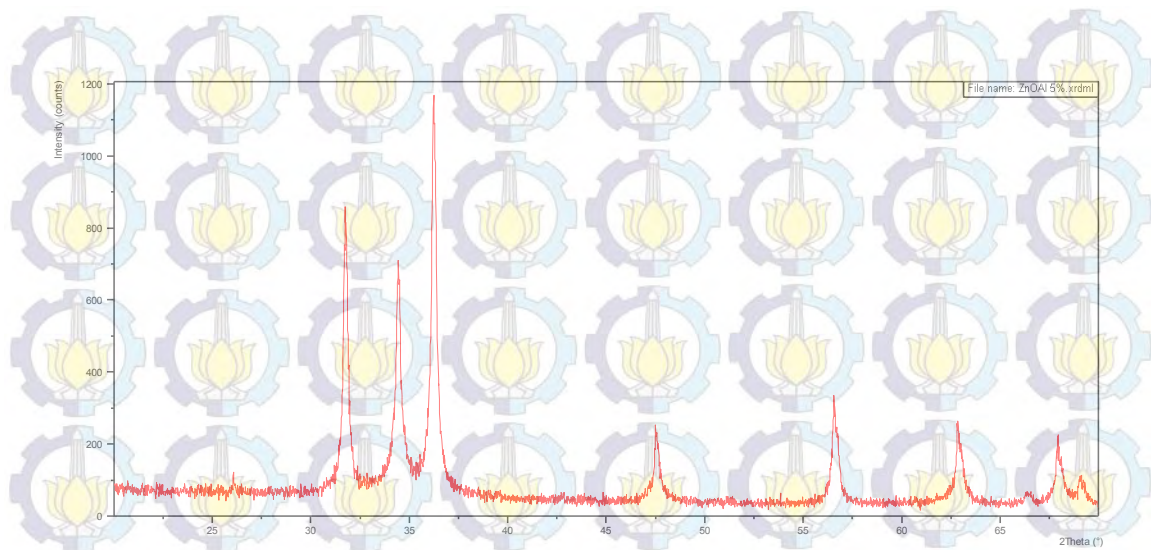


Grafik XRD $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ sebelum dilakukan kalsinasi

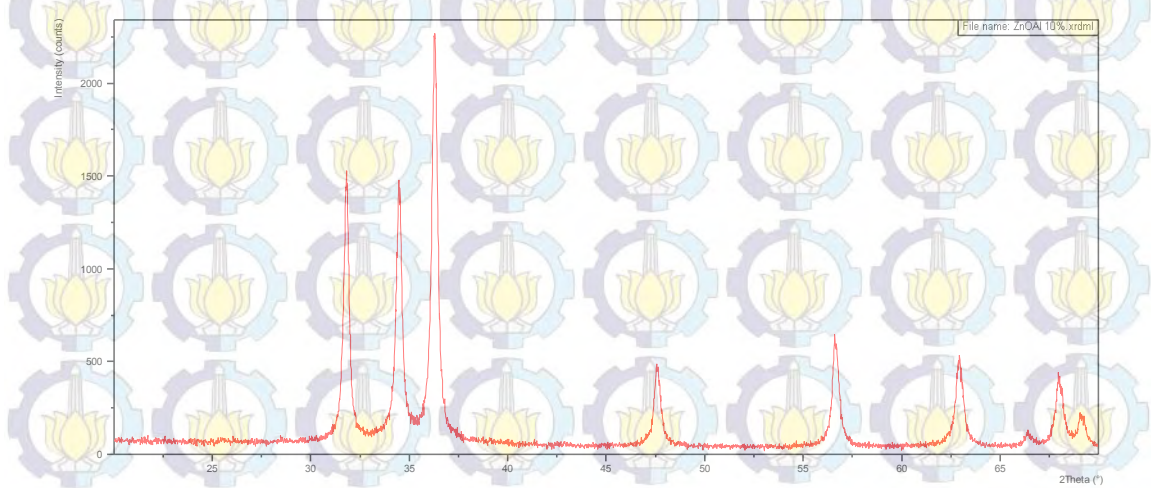


Grafik XRD ZnO murni



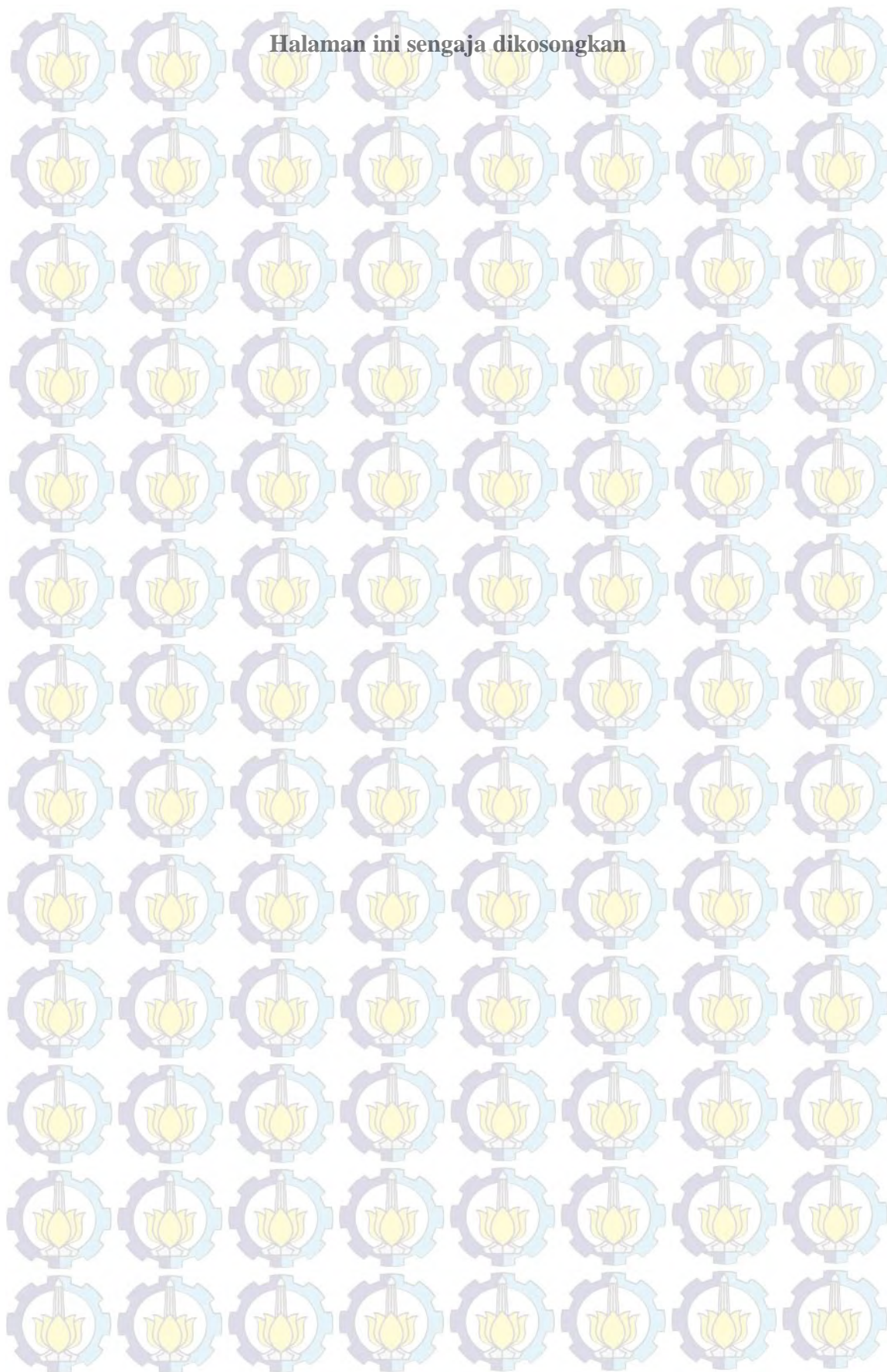


Grafik Pola Difraksi Sinar X sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,04$



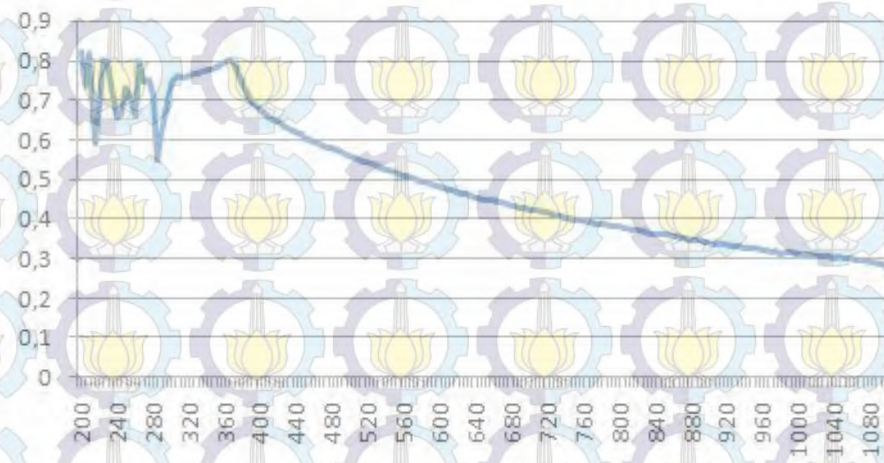
Grafik Pola Difraksi Sinar X sampel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,05$

Halaman ini sengaja dikosongkan



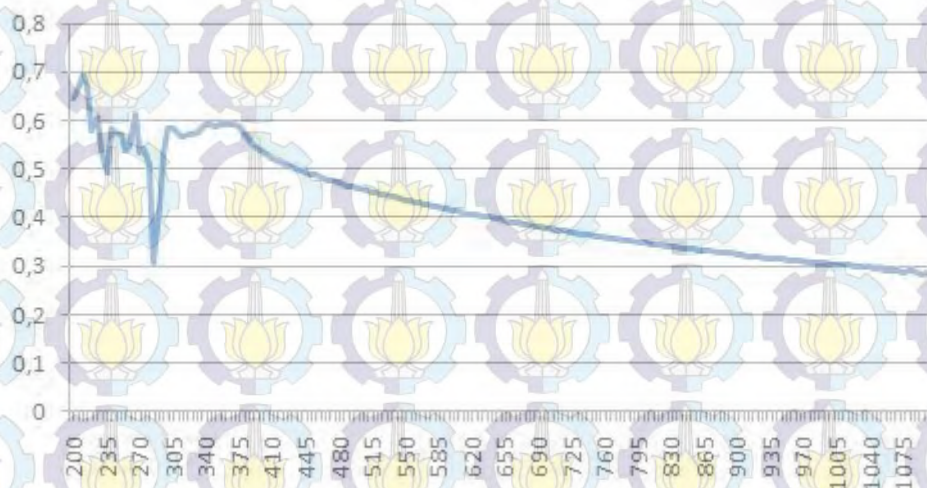
LAMPIRAN B
GRAFIK HASIL UJI UV-VIS SPEKTROSKOPI

Adsorbansi ZnO Al 0%

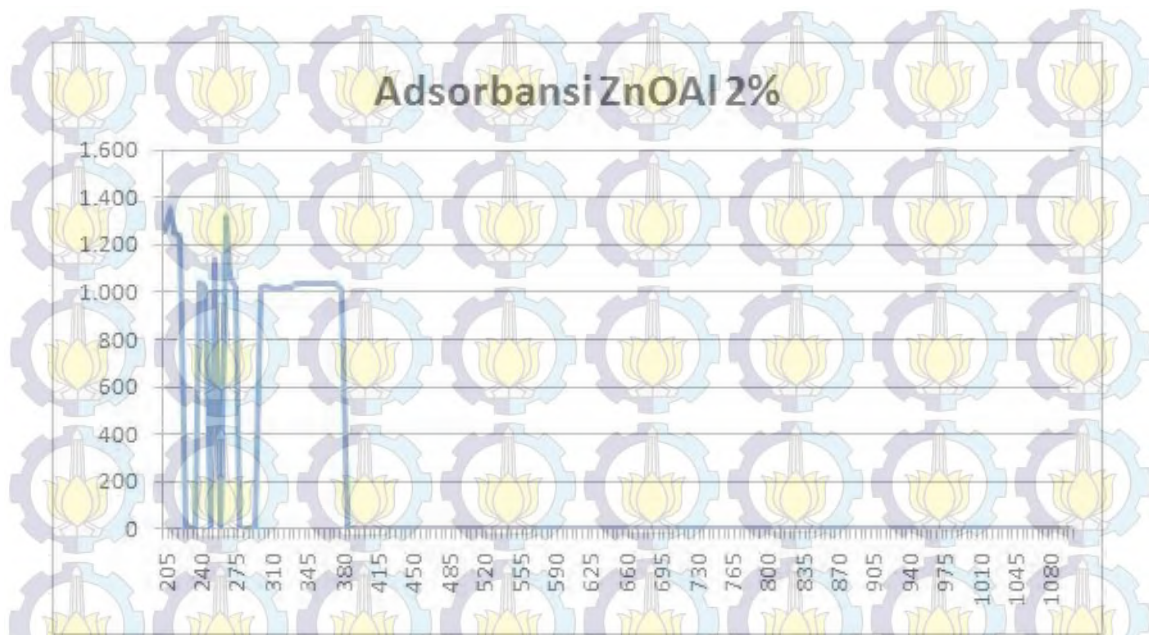


Grafik panjang gelombang terhadap adsorbansi nanopartikel $Zn_{1-x}Al_xO$ $x=0,00$

Adsorbansi ZnO Al 1%



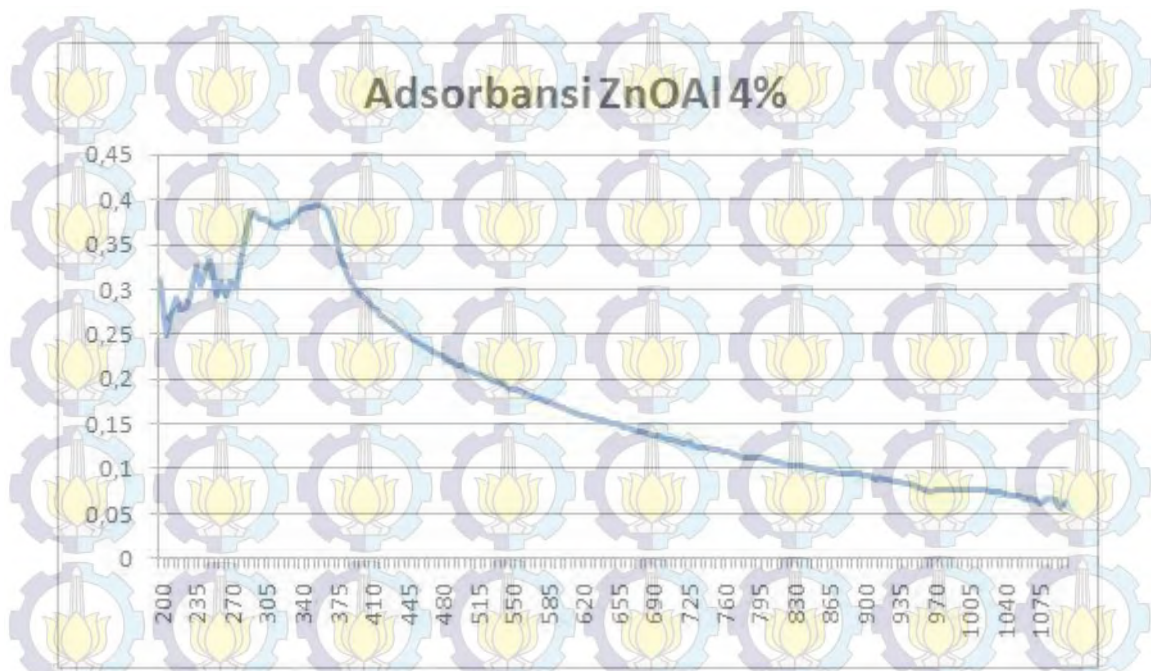
Grafik panjang gelombang terhadap adsorbansi nanopartikel $Zn_{1-x}Al_xO$ $x=0,01$



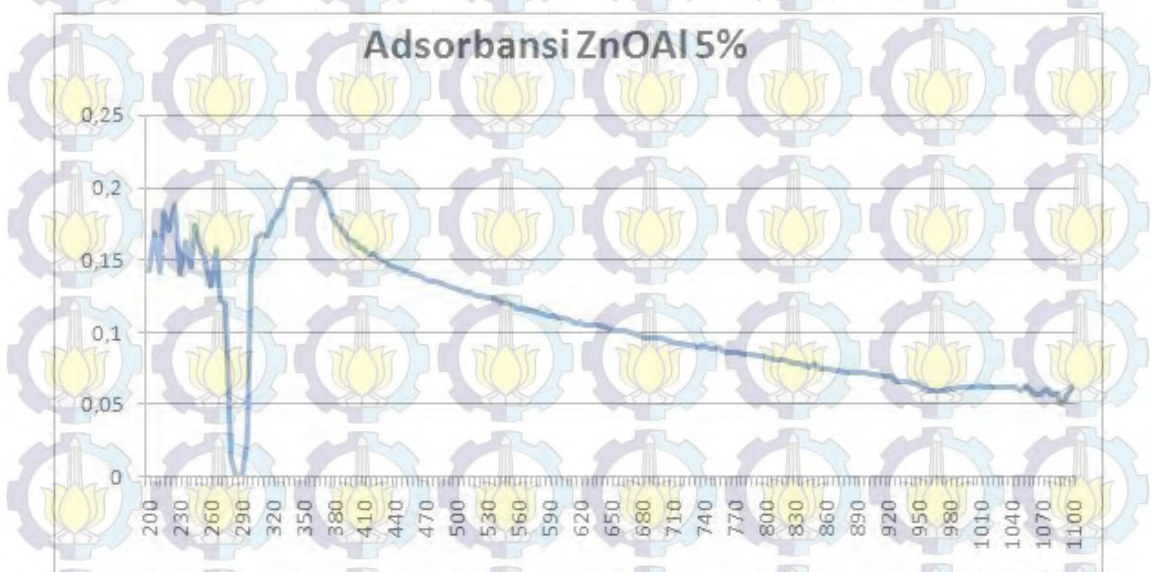
Grafik panjang gelombang terhadap adsorbansi nanopartikel $Zn_{1-x}Al_xO$ $x=0,02$



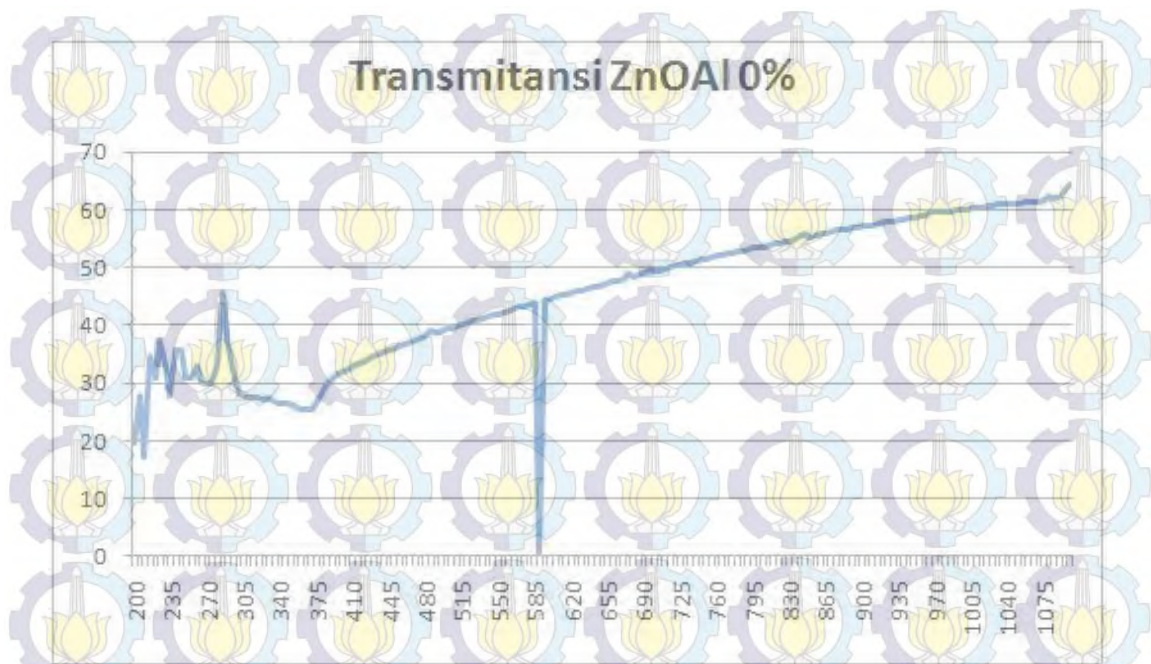
Grafik panjang gelombang terhadap adsorbansi nanopartikel $Zn_{1-x}Al_xO$ $x=0,03$



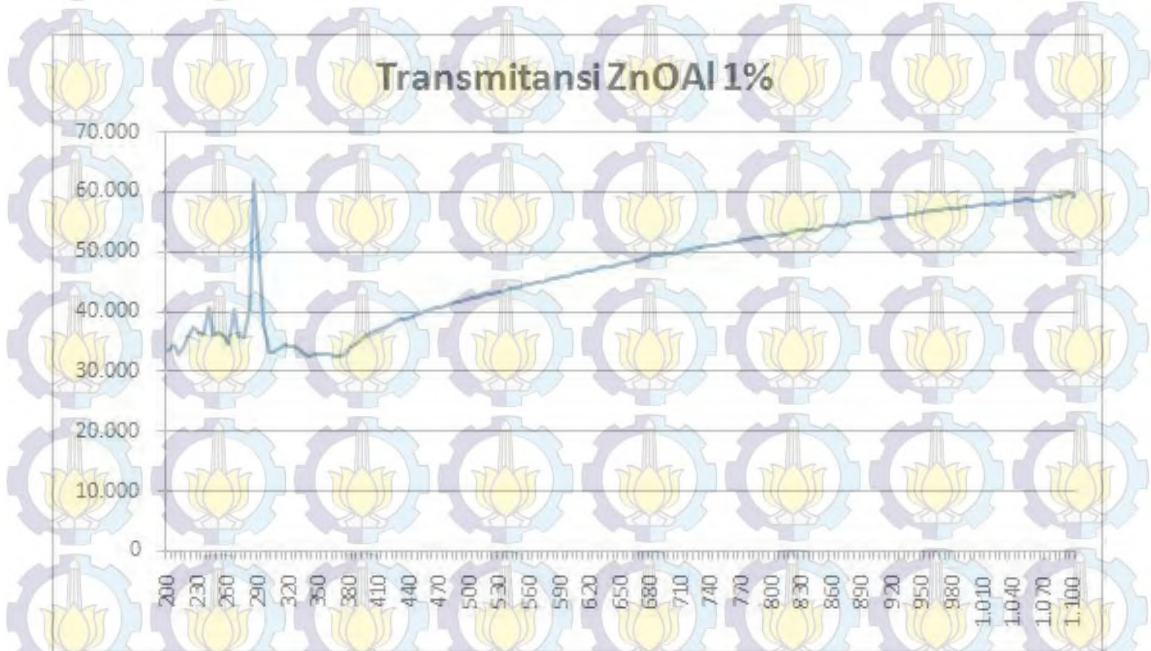
Grafik panjang gelombang terhadap adsorbansi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,04$



Grafik panjang gelombang terhadap adsorbansi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,05$



Grafik panjang gelombang terhadap transmitansi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,00$



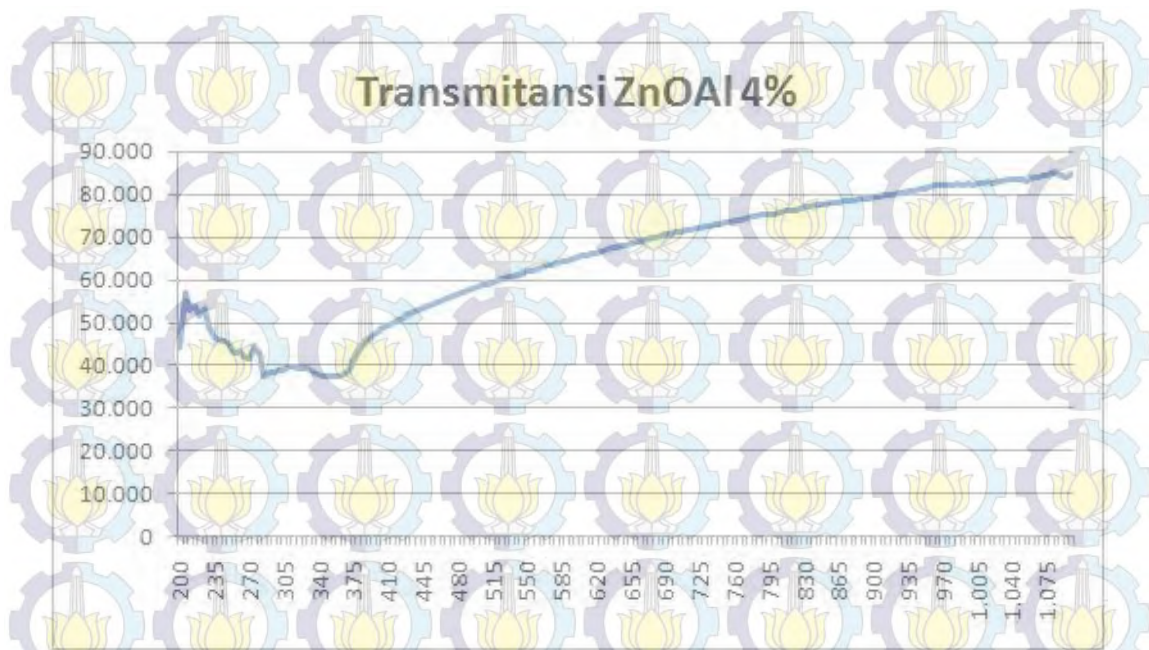
Grafik panjang gelombang terhadap transmitansi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,01$



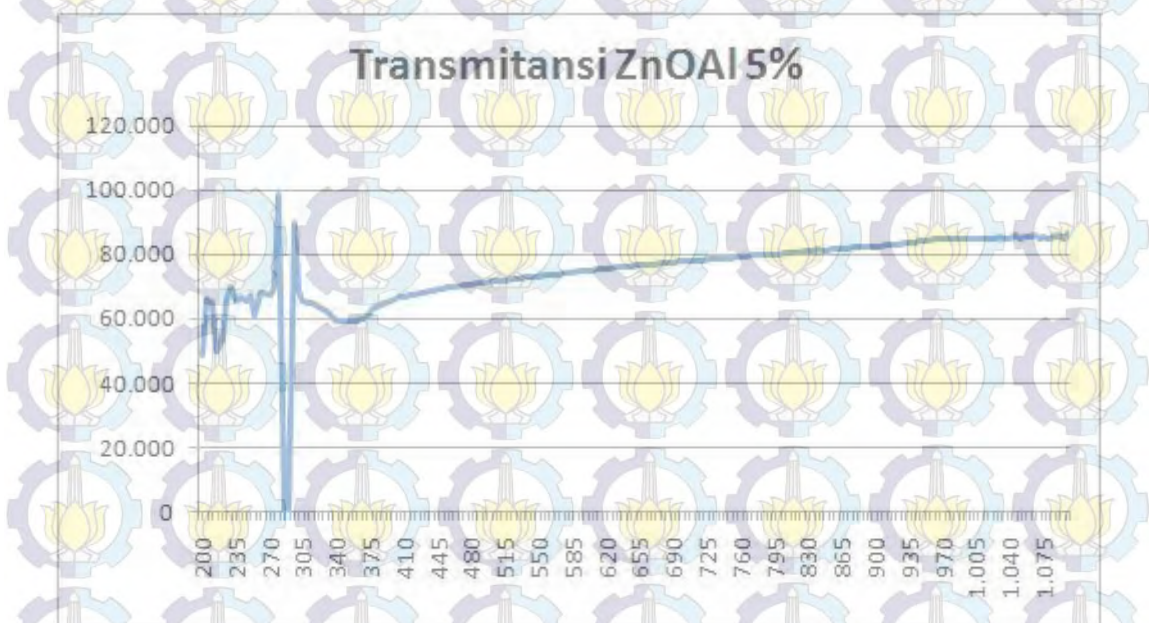
Grafik panjang gelombang terhadap transmitansi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,02$



Grafik panjang gelombang terhadap transmitansi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,03$

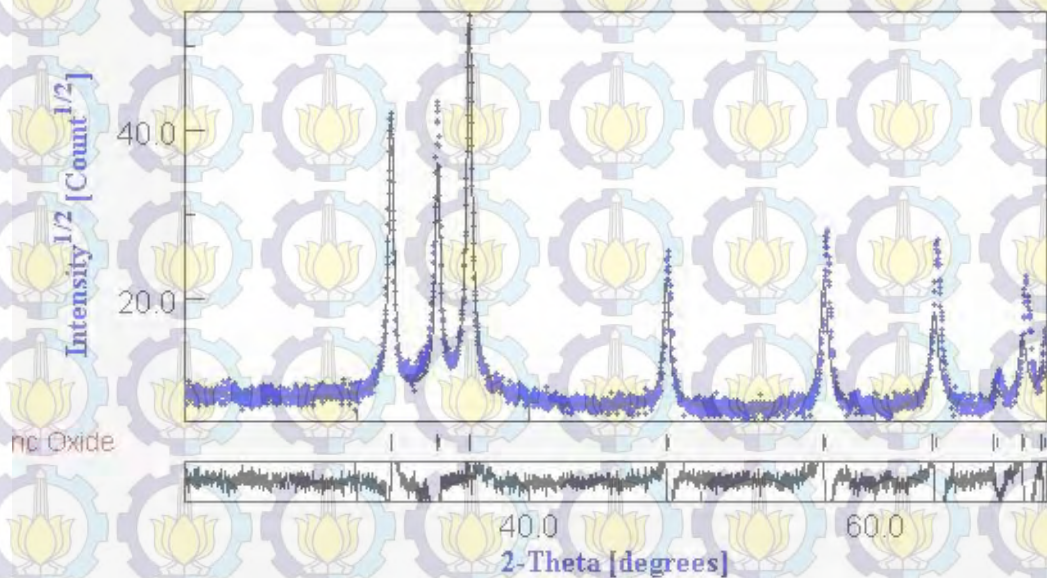


Grafik panjang gelombang terhadap transmitansi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,04$

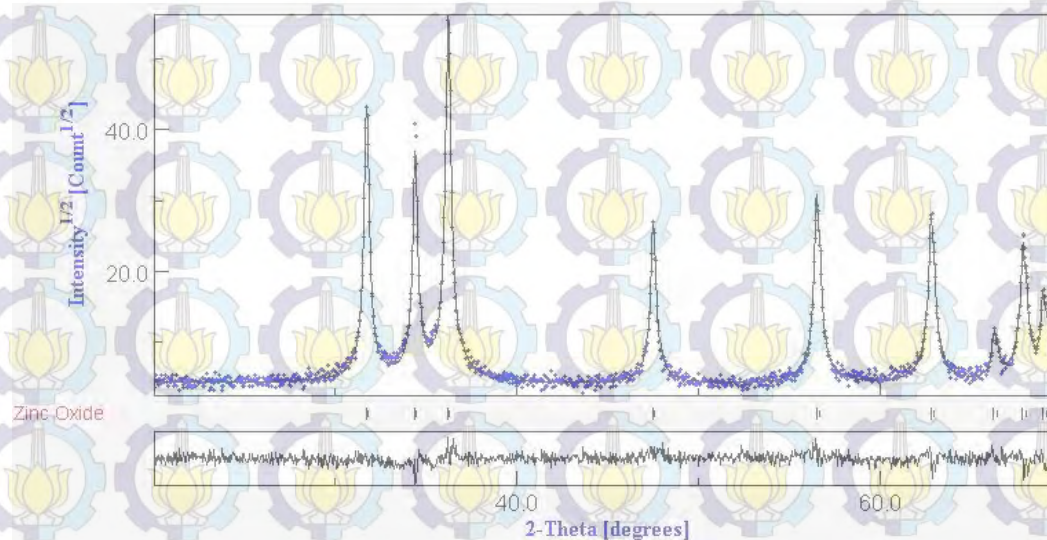


Grafik panjang gelombang terhadap transmitansi nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,05$

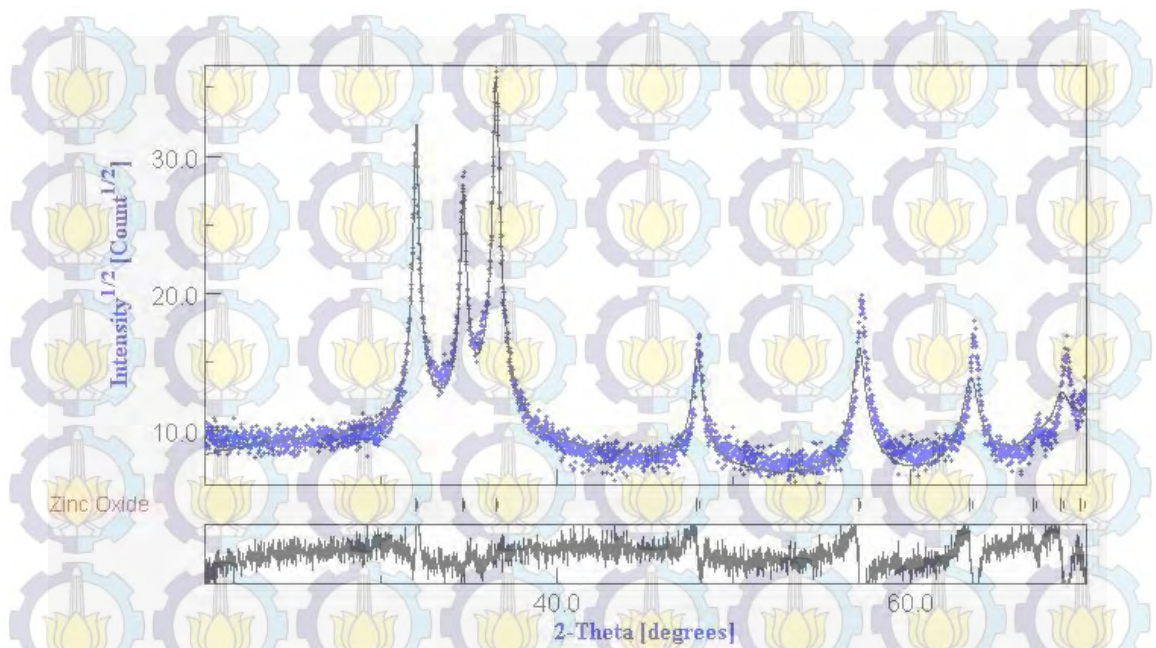
LAMPIRAN C
GRAFIK HASIL ANALISIS UKURAN PARTIKEL
DENGAN SOFTWARE MAUD



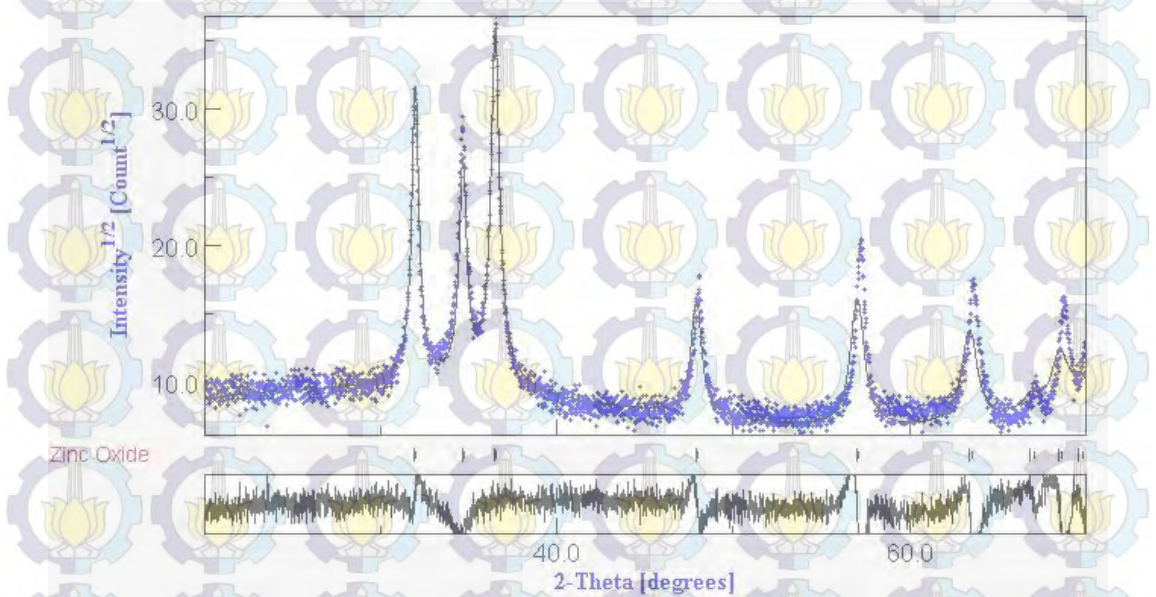
Grafik pencocokan pola difraksi sinar-x dengan software MAUD untuk nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,00$



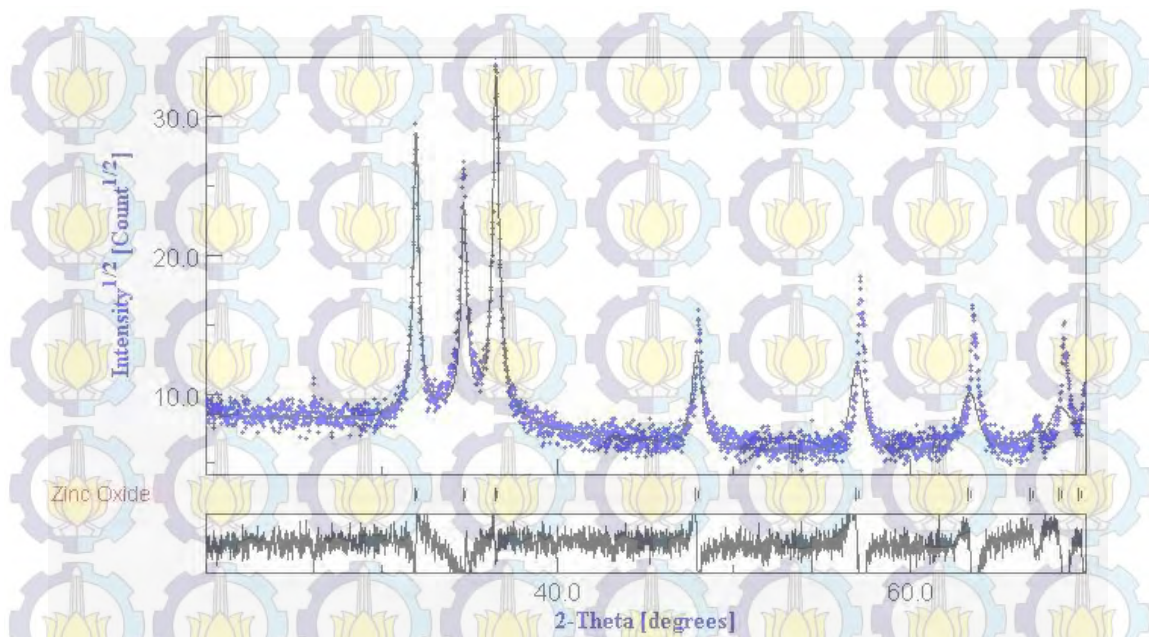
Grafik pencocokan pola difraksi sinar-x dengan software MAUD untuk nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,01$



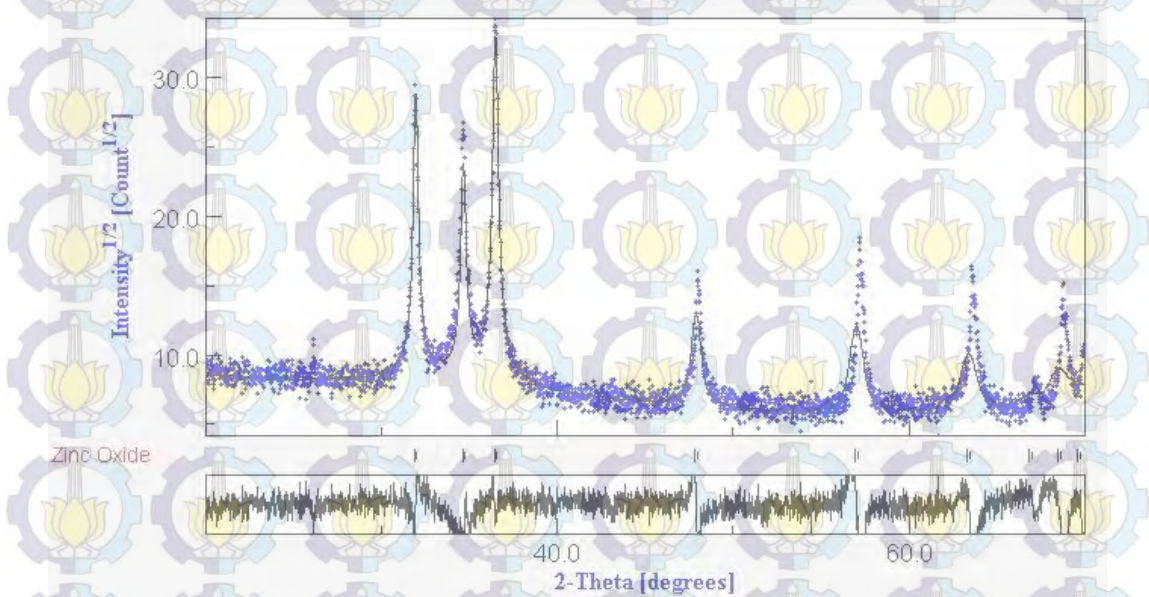
Grafik pencocokan pola difraksi sinar-x dengan software MAUD untuk nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,02$



Grafik pencocokan pola difraksi sinar-x dengan software MAUD untuk nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,03$

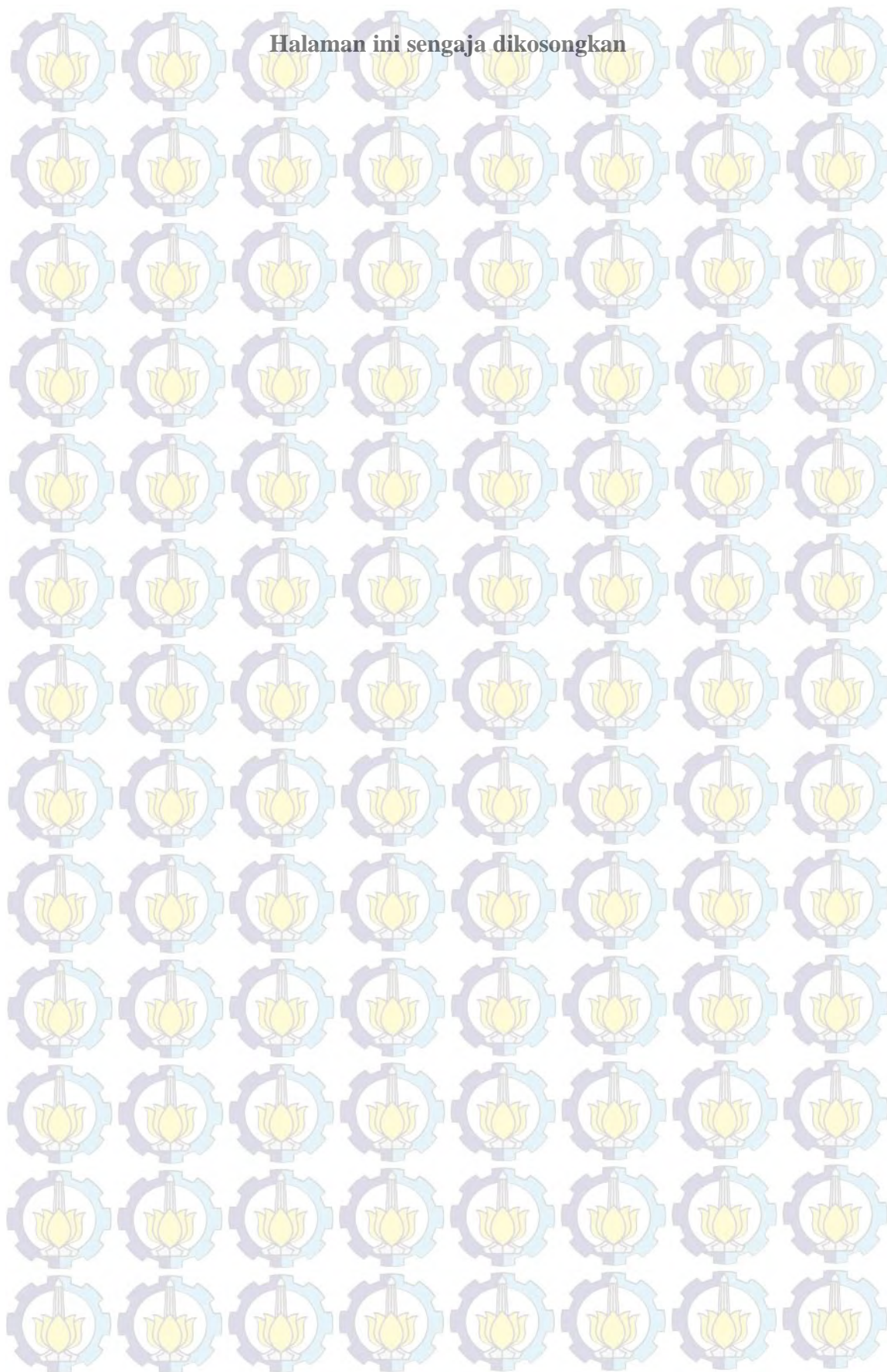


Grafik pencocokan pola difraksi sinar-x dengan software MAUD untuk nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,04$



Grafik pencocokan pola difraksi sinar-x dengan software MAUD untuk nanopartikel $\text{Zn}_{1-x}\text{Al}_x\text{O}$ $x=0,05$

Halaman ini sengaja dikosongkan



LAMPIRAN D

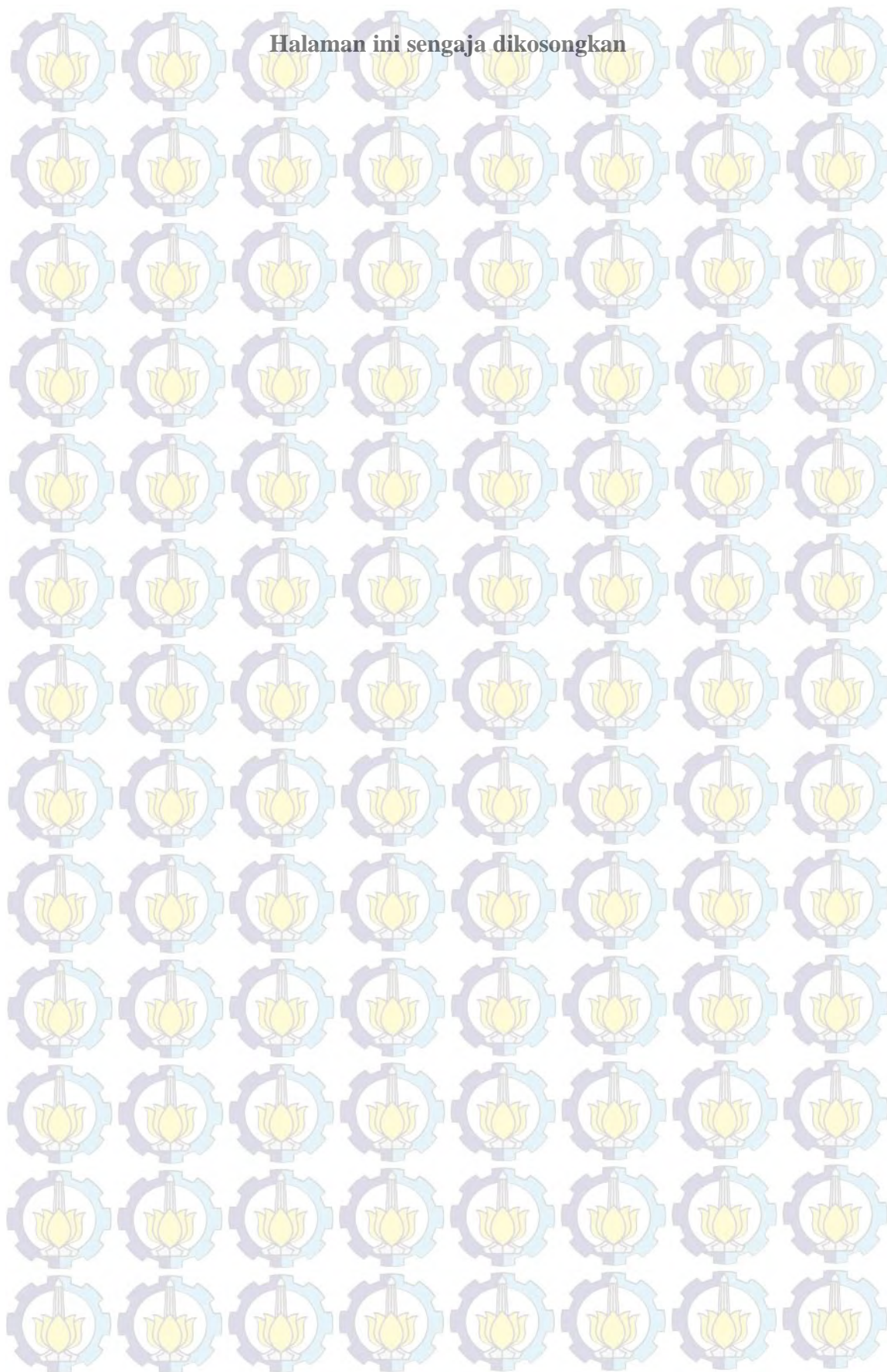
DATA COD (CRYSTALLOGRAPHY OPEN DATABASE)

Sampel ZnO

General	
Origin	COD-1011259
Name	Zinc oxide
Formula	Zn O
Bibliographic data	
Author(s)	Weber, L
Publication title	Die Struktur von Zn O.
Citation	ZEKGAX,58,398-403 (1923)
Phase data	
Space-group	P 63 m c (186) - hexagonal
Cell	a=3.3510 Å c=5.2260 Å
	c/a=1.5595
	V=50.82 Å ³ Z=2

Atomic Parameter							
Atom	Ox.	Wyck.	Site	S.O.F.	x/a	y/b	z/c
Zn1	2	2b	3m.		0.33	0.67	0
O1	-2	2b	3m.		0.33	0.67	0.375

Halaman ini sengaja dikosongkan





BIODATA PENULIS

Penulis “Nurul Rosyidah” merupakan anak ke 2 dari 4 bersaudara yang lahir di Kota Lamongan pada 3 Juni 1992. Semasa kecil penulis menempuh pendidikan formal antara lain di TK Alfalahiyah, SD Unggulan Jetis 3, SMP Negeri 1 Lamongan, dan SMA Negeri 2 Lamongan. Semasa kecil penulis mendapatkan pendidikan non formal di Taman Pendidikan Alquran (TPQ) Miftahul Qulub, Madrasah Diniyyah Awaliyyah Tanfirul Ghoyyi, dan Pondok Pesantren Tanfirul Ghoyyi.

Sejak kecil penulis diberi anugerah kelebihan pada bidang aritmatika dan fisika sehingga penulis diterima di jurusan Fisika ITS pada tahun 2010.

Semasa sekolah penulis aktif di dunia penelitian sebagai remaja ilmiah yang pernah menjadi juara umum dalam LKTI oleh DIKTI pada tahun 2008. Semasa sekolah penulis aktif di dunia jurnalis dan pernah menjuarai kompetisi artikel ilmiah remaja wilayah se-karasidenan. Selain itu penulis juga aktif di kegiatan olimpiade fisika dan matematika. Semasa kuliah penulis pernah bergabung dengan organisasi HIMASIKA dan Forum Studi Islam Fisika.

Harapan besar penulis adalah bisa memanfaatkan usia yang masih muda ini untuk terus belajar dan berkarya. Belajar sampai akhir menutup mata, berkarya hingga dikenang sepanjang masa, dan beribadah hingga nyawa tidak lagi ada. Tidak ada keabadian dalam jiwa manusia, maka harapan terbesar dalam hidup penulis adalah menjadi insan bertakwa yang paham hakikat hidupnya “that to ALLAH SWT we’re belong”. (nurulrosyidah92@gmail.com)